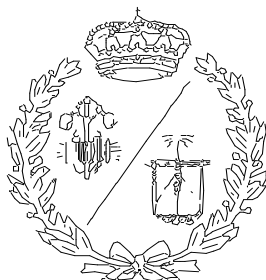


**ESCUELA TÉCNICA SUPERIOR DE INGENIEROS
INDUSTRIALES Y DE TELECOMUNICACIÓN**

UNIVERSIDAD DE CANTABRIA



Proyecto Fin de Grado

**Influencia de la incorporación de
nanorefuerzos de grafeno en el
comportamiento mecánico de la
Poliamida 6**

**(Effects of nano-reinforcements of graphene on
the mechanical performance of
Polyamide 6)**

Para acceder al Título de

GRADUADO EN INGENIERÍA MECÁNICA

Autor: Omar Zaballa García.

Julio –2019

1. INTRODUCCION Y OBJETIVO.....	4
2. ESTADO DEL ARTE.	5
2. MATERIAL EMPLEADO PARA EL ESTUDIO.	10
2.1. POLIAMIDA	11
2.1.1. Poliamida 6.	15
2.2. Nanorefuerzos.....	19
2.2.1. Oxido de grafeno.....	20
2.3. PROBETAS. FABRICACIÓN.	22
2.3.1. Inyección de las probetas.....	22
2.3.2. Inyección de la poliamida 6.....	25
2.3.3. Fabricación de las probetas.....	26
3. METODOLOGÍA EXPERIMENTAL.....	35
3.1. ABSORCIÓN DE AGUA.....	35
3.2. ENSAYO DE TRACCION.....	36
3.3. ENSAYO DE IMPACTO.....	41
3.4. ENSAYO DE FATIGA ACELERADA LOCATI	48
3.5. ENSAYO FLUENCIA.	51
3.6. RESISTENCIA ELÉCTRICA.....	52
4. RESULTADOS Y ANÁLISIS	54
4.1. ABSORCIÓN DE AGUA.....	54
4.2. ENSAYO DE TRACCIÓN.....	59
4.3. ENSAYO CHARPY INSTRUMENTADO	66
4.4. ENSAYO ACELERADO DE FATIGA.....	72
4.5. ENSAYO DE FLUENCIA	74
4.6. RESISTENCIA ELÉCTRICA.....	80

5. PRESUPUESTO	80
5.1. PRECIOS UNITARIOS.....	81
5.2. PRESUPUESTOS PARCIALES.....	81
5.3. PRESUPUESTO GENERAL.....	82
6. CONCLUSIONES	82
7. TRABAJO FUTURO	84
8. BIBLIOGRAFÍA	85
10.ANEXO II: GRÁFICAS DE COMPORTAMIENTO DEL ENSAYO CHARPY INSTRUMENTADO	98

1. INTRODUCCION Y OBJETIVO.

Desde su introducción en el mercado a principios de los años 30 la poliamida, conocida comercialmente como Nylon, ha recibido un gran impacto en el mundo de la ingeniería debido a sus elevadas propiedades mecánicas y su facilidad en el procesado. Ejemplo de ello se puede contemplar en elementos como asientos de válvulas, engranajes, rodamientos o cubiertas para motor que históricamente fueron fabricadas a partir de fundición, acero o aleaciones. [1]

Además, estas propiedades se pueden mejorar mediante la adición de cargas o refuerzos, como pueden ser la fibra de vidrio, la fibra de carbono, fibras metálicas o grafeno, entre tantos, constituyéndose un compuesto a partir de la matriz de la poliamida.

Sin embargo, la integridad de estas piezas puede verse afectada cuando están sometidas a esfuerzos cíclicos que generan el calor en su interior por el rozamiento de las cadenas moleculares durante su vida en servicio. Debido a su naturaleza aislante presenta dificultad para disipar de forma eficaz el calor. Asimismo, la geometría de dichos componentes puede verse modificada por expansiones volumétricas. Esta dilatación puede provocar una disminución de las prestaciones en servicio o incluso un mal funcionamiento del elemento.

Para solventar este problema, se plantea añadir un aditivo a la matriz de poliamida de tal manera que facilite la evacuación de calor sin que pierda su naturaleza dieléctrica. En el mercado existen diferentes tipos de aditivos, sin embargo, en este proyecto se ha seleccionado el óxido de grafeno.

Sin embargo, cualquier tipo de agregado en la matrix puede ocasionar una variación y/o disminución de propiedades que produzca una merma en sus prestaciones mecánicas. Por este motivo, se hace necesario un estudio preliminar de la influencia en el comportamiento mecánico de la incorporación del óxido de grafeno en la matrix de poliamida.

Para analizar dicha influencia se realizó un estudio con probetas normalizadas inyectadas con Poliamida 6, una de las poliamidas de mayor uso comercial, y distintas proporciones en peso de óxido de grafeno:

- Poliamida 6 pura sin refuerzo de óxido de grafeno.

- Poliamida 6 con un contenido de 0,25 % de óxido de grafeno
- Poliamida 6 con un contenido de 0,5% de óxido de grafeno
- Poliamida 6 con un contenido de 1% de óxido de grafeno.

Con las probetas fabricadas se llevaron a cabo distintos ensayos de caracterización que a continuación se nombran:

- Resistencia mecánica:
 - Tracción
 - Impacto Charpy
 - Fluencia
 - Fatiga
- Absorción de humedad
- Resistencia eléctrica

2. ESTADO DEL ARTE.

Debido a la importancia de los materiales poliméricos en distintas aplicaciones ingenieriles a día de hoy y su evolución, se han comenzado en los últimos tiempos a probar distintas mezclas de las poliamidas disponibles en el mercado con otros compuestos en vísperas de conseguir una mejoría de sus propiedades.

Distintas líneas de investigación han sido llevadas a cabo para contrastar esta posible mejoría y distintos han sido los refuerzos utilizados y sus resultados.

El material compuesto de Poliamida 6 con Oxido de Grafeno que será ensayado en este proyecto ha sido previamente investigado en un estudio llevado a cabo en la Escuela de Ingeniería Química en la Universidad Kyungpook en la república de Corea.

En el siguiente estudio se propone estudiar en qué medida se ve afectada la estructura cristalina de la Poliamida 6 al combinar esta con el GO durante tratamientos térmicos y en la extrusión en frío.

Para definir los efectos del GO en la cristalización y las estructuras cristalinas de Nylon 6 y GO se han llevado a cabo estudios en calentamiento, enfriamiento y extrusión en frío de estos además de ensayos de medida utilizando amplios y pequeños ángulos de dispersión de rayos-X medidos en una fuente de radiación de sincrotrón y comparando con los mismos de la Poliamida 6 pura.

Uno de los mayores inconvenientes de combinar dos elementos con tan buenas propiedades individuales es la débil interacción entre la matrix del polímero y los rellenos de grafeno. Por lo tanto para inducir una fuerte interacción y conseguir una buena dispersión del óxido de grafeno en la matrix de poliamida 6, el GO es modificado mediante injertos de las cadenas de Nylon 6 en sus grupos funcionales con una polimerización in-situ para después mezclar este injerto de GO-Nylon 6 con Nylon 6 puro. Esto resulta en una mejoría de las propiedades mecánicas del material.

Previamente a la realización de los ensayos, el Nylon 6 y los NGO elementos fueron secados a una temperatura de 100° en condiciones de vacío durante 5 horas antes de ser transformado en láminas mediante un prensado en caliente. Estas laminas posteriormente fueron cortadas en cuadraditos para los experimentos de calentamiento y recocido.

El experimento de sincrotrón de rayos X utilizando una amplio y reducido ángulo de dispersión fueron llevados a cabo a unas distancias entre el sample y el detector de 2451,5 y 232,8 mm, y unas longitudes de onda de 1,1205 y 0,6213 Å.

El periodo de longitud fue calculado mediante la ecuación de Bragg y el grado de cristalinidad obtenido mediante patrones WAXS utilizando un método de ajuste de la curva.

Para el ensayo de extrusión en frio las muestras fueron estiradas a un ratio de $30 \frac{\mu m}{s}$ a 25 ° C y se calculó su deformación y tensión.

Finalmente en los ensayos de calentamiento y enfriamiento los especímenes fueron calentados desde una temperatura ambiente hasta los 250 °C a 20°C/min , manteniéndolo durante 3 minutos para después enfriar hasta temperatura ambiente aun ratio de 6 ° C/ min.

Como resultado tenemos que las láminas de óxido de grafeno se han dispersado uniformemente a lo largo de la matriz de Nylon 6, habiéndose exfoliado en capas individuales la gran mayoría de ellas.

Para el caso en el que se compuso la muestra de NGO con Nylon 6 puro, obtuvo una mayor dispersión que la muestra de NGO individualmente debido a las fuerzas de cortante durante la composición de ambas.

Se observó además que el grado de cristalinidad aumentó al añadir pequeñas cantidades de óxido de grafeno en comparación con el Nylon 6 puro y que estas pequeñas cantidades modificaron la estructura cristalina del Nylon 6. Más concretamente se produce una aceleración de la cristalización de la fase α de la matriz de Nylon 6, conformando un grado de cristalinidad determinado y estableciéndose un largo periodo de tiempo en el que las láminas no crecen. Esta fase α en el nuevo compuesto se transforma en una fase β entorno a los 150 ° C a través de la transición Brill y posteriormente en una fase α' a los 195°. Al enfriar

a temperatura ambiente las muestras de este compuesto, la fase α del mismo se transforma en una fase metaestable, produciéndose el incremento de esta fase en decrecimiento de la fase α [2]

.

Otra línea de investigación sobre compuestos creados a partir de la matriz de Poliamida 6 nos lleva esta vez a un estudio realizado por la Universidad Campina Grande y la Universidad Sao Carlos en Brasil. En esta ocasión el compuesto analizado es una mezcla entre Poliamida 6 y organoarcilla brasileña, formado por intercalación en el fundido. El objetivo de dicho estudio es la determinación de las propiedades mecánicas, térmicas y termomecánicas del mismo. Para ello la estructura y la morfología del mismo es evaluada por medio de difracción de rayos X y microscopía de transmisión de electrones.

Estos nanocompuestos poliméricos son una nueva clase de material en cuya matriz del polímero se dispersa un silicato constituido por partículas elementales en las que al menos una de sus dimensiones es del orden del nanómetro.

Los híbridos de arcillas orgánicas o inorgánicas muestran unas mejores propiedades en comparación con los polímeros puros o los compuestos convencionales como es un mayor módulo elástico, mayor resistencia a la rotura, resistencia a los solventes y contra el fuego, y generalmente buenas propiedades ópticas, eléctricas y magnéticas.

Una de las claves para asegurar una mejoría de las propiedades es la de conseguir exfoliar los elementos de organoarcilla individualmente en la matriz del polímero. La afinidad entre la matriz del polímero y la organoarcilla es uno de los factores fundamentales para conseguir una buena exfoliación.

Esta afinidad puede ser mejorada optimizando la estructura de la organoarcilla para una determinada matriz de polímero.

Para el desarrollo del estudio se conformarán nanocompuestos de Poliamida 6 con 3 índices distintos de viscosidad y organoarcilla con el fin de evaluar las propiedades mecánicas térmicas y termomecánicas.

La organoarcilla fue producida a partir de una reacción de intercambio de cationes donde los iones de sodio presentes en la arcilla son sustituidos por iones de amonio de sal cuaternaria.

En la preparación del nanocompuesto, antes de ningún procesado, todos los materiales con la PA6 son secados mediante inyección de aire a 80° C durante 1 hora. Después se mantienen en condiciones de vacío a 80° C durante 24 h.

Los nanocompuestos se preparan en 2 pasos. En primer lugar para obtener una mejor dispersión de la arcilla fina en la poliamida, el master de PA6/organoarcilla se introduce en un extrusor con mezclador interno a 240 ° C y 60 rpm durante 10 min.

Posteriormente los nanocompuestos PA6/organoarcilla conteniendo un 3 y 5 % de organoarcilla son fundidos en un husillo corrotativo a 240 ° C y 250 rpm. Después de que todo el material haya sido extruido, granulado y secado en un horno al vacío durante 24 horas a 80° C es destinado al proceso de inyección. Las condiciones de inyección serán 38 MPa, temperatura del perfil de 250 ° C, temperatura del molde de 65 ° C y velocidad de inyección $27 \frac{cm^3}{s}$.

Las propiedades obtenidas en los ensayos de tensiones fueron el límite de tensión, la elongación en rotura y el modulo elástico en 10 muestras de los ensayos realizados.

La morfología de los nanocompuestos fue evaluada mediante un microscopio de transmisión de electrones.

Los resultados muestran mediante cristalografía de rayos X que el pico de la organoarcilla desapareció al incorporar este a la misma lo que indica que todos los sistemas tenían estructuras exfoliadas o parcialmente exfoliadas, hipótesis confirmada mediante las fotomicrografías.

El análisis termogravimétrico mostro una alta estabilidad térmica en relación al polímero puro. Los nanocompuestos con 5 % de arcilla poseían unas mayores propiedades mecánicas en comparación con el 3 % y la poliamida pura. En el caso de la temperatura de deflexión por calor cabe decir que se produjo un incremento de 100% en el sistema en comparación con el polímero puro. [3]

En una tesis doctoral realizada en la Universidad de Cantabria se ha llevado a cabo el estudio de entre otros aspectos, el efecto en la resistencia a fractura de Poliamida 6 reforzada con fibra de vidrio corta en condiciones entalladas.

En el programa experimental de esta tesis se han llevado a cabo ensayos de tracción para determinar las propiedades mecánicas de los materiales estudiados, se ha realizado ensayos de fractura para evaluar el comportamiento del material entallado y un análisis de los micromecanismos de fractura mediante el estudio de las superficies de fractura.

El tipo de fibra elegido debe ser adecuada al igual que la fracción de volumen que ocupe, la longitud y la orientación de las mismas, ya que todas estas variables influyen en las

propiedades del material. Para el siguiente estudio se escogió la fibra de vidrio tipo E de longitud 300 μm y diámetro de 10 μm .

Como las propiedades de los polímeros reforzados con fibras están basados en las propiedades de sus componentes es importante que se consiga una buena unión fibra-matriz. Sin una buena adherencia no puede alcanzarse ningún refuerzo del conjunto.

Con el fin de propiciar esta mejor unión entre ambos se realiza un recubrimiento superficial sobre la fibra que potencia el nexo entre ambos constituyentes.

Al reforzar la poliamida 6 con fibras de vidrio cortas se consigue un aumento considerable en términos de resistencia, dureza, temperatura de servicio y resistencia a la abrasión. En el caso de la PA6 conlleva una reducción sustancial de la deformación en rotura pero no una pérdida de resistencia al impacto.

Para el trabajo realizado se han utilizado 5 configuraciones distintas:

- Poliamida 6 pura sin refuerzo.
- Poliamida 6 con un 5% de contenido en fibra de vidrio.
- Poliamida 6 con un 10 % de contenido en fibra de vidrio.
- Poliamida 6 con un 30 % de contenido en fibra de vidrio.
- Poliamida 6 con un 50 % de contenido en fibra de vidrio.

Una vez ejecutados los ensayos de fracturas se ha observado que en los distintos radios de entalla estudiados al aumentar el contenido en fibra, la resistencia a fractura aumenta. Por lo tanto el refuerzo da lugar a materiales más resistentes a fractura. De la misma manera que existe un radio crítico por debajo del cual las entallas pueden evaluarse como fisuras, también se ha visto que existe un contenido de fibra por debajo del cual el efecto del refuerzo no es significativo. Asimismo se observa como el efecto del contenido de fibra en la resistencia a fractura es mayor cuanto menor es el radio de entalla. [4]

2. MATERIAL EMPLEADO PARA EL ESTUDIO.

En los últimos años se han desarrollado diferentes plásticos de alto rendimiento con una clara aplicación en el mundo ingenieril, capaces de ofrecer propiedades muy superiores a materiales ya disponibles en el mercado sobre todo en lo referente a rendimiento a altas temperaturas.

Los polímeros son moléculas lineales formadas por la repetición continua de grupos funcionales simples, constituidos principalmente por C, H, O, N.

Existe una gran variedad de tipologías y clasificaciones en función de su composición química, sus aplicaciones, origen, mecanismo de polimerización, entre otras.

Tabla 2.1. Clasificación de los distintos polímeros según su comportamiento al elevar su temperatura.

Termoplásticos		Elastómeros	Termoestables
<i>Amorfos</i>	<i>Semicristalinos</i>		
Polycarbonato	Polipropileno	Poliuretano	Resina poliéster
Polimetacrilato	Polietileno	Rubber	Resina fenol
Poliestireno	Polioximetileno		Resina de melanina
Policloruro de vinilo.	Poliamida		Resina epoxy

Para conseguir la estabilidad térmica y evitar que la agitación cinética rompa la macromolécula del polímero, los enlaces que forman su esqueleto, es decir, los enlaces primarios, deben ser de muy alta energía.

Por otro lado los enlaces secundarios; correspondientes a las fuerzas de atracción intermoleculares, son los que definen la mayor parte de las propiedades de los polímeros.

El esquema estructural de largas moléculas lineales unidas entre sí por estas fuerzas de atracción intermoleculares corresponde al grupo de polímeros conocidos como los termoplásticos.

Los polímeros generalmente poseen estructura amorfa, como consecuencia del mecanismo empleado en la polimerización, aunque en ocasiones el estado cristalino también puede existir en los polímeros. Dicha cristalinidad polimérica puede considerarse como el empaquetamiento de cadenas moleculares para producir una disposición atómica ordenada. [5]

La cristalinidad dota a los polímeros de características importantes tales como:

- Aumento de la densidad del mismo polímero en estado completamente amorfo
- Opacidad en polímeros policristalinos.
- Resistencia química a los disolventes
- Temperatura de fusión definida.
- Aumento importante de las propiedades mecánicas tras estiramiento.

Es por lo tanto un parámetro que influye en buena parte de las propiedades de los polímeros y que depende de factores como la simetría de la cadena, la intensidad de atracción entre cadenas, la flexibilidad de la cadena principal o la velocidad de enfriamiento. [6]

Cuando el polímero contiene dos regiones claramente diferenciadas, en la que una es cristalina y la otra amorfa, se considera un polímero semicristalino. Para que un polímero presente semicristalinidad además deben cumplir unas ciertas condiciones, como la regularidad en los monómeros, debe formarse una hélice respecto a los constituyentes, y además debe cumplirse la condición de tacticidad.

Un ejemplo de polímero semicristalino es la poliamida, material empleado en este estudio, la cual se analiza detalladamente en los sucesivos apartados.

2.1. POLIAMIDA

Las poliamidas son polímeros de cadena larga que contienen grupos amida (N-H-C=O) de forma recurrente en la cadena. Su estructura está compuesta por un anillo de 5 o 6 miembros. Esta clase de polímeros se obtienen por polimerización de un ácido con una amida.

La polimerización es la reacción química por la cual se sintetiza un polímero a partir de sus monómeros. Según el mecanismo por el cual se produce la reacción de polimerización para dar lugar al polímero se puede distinguir entre polimerización por etapas o polimerización en cadena.

En el caso de la poliamida, se trata de un copolímero; una macromolécula compuesta por dos o más monómeros que se pueden unir de diferentes formas por medio de enlaces químicos. Su polimerización se lleva a cabo por condensación (o etapas).

Para ello requiere al menos de dos monómeros bifuncionales; es decir, que el monómero utilice 2 enlaces activos para la polimerización de cadenas largas.

Propiedades físicas y químicas

Las poliamidas destacan generalmente por sus buenas propiedades mecánicas, su resistencia química y comportamiento dieléctrico. Esto se traduce en una elevada tenacidad, dureza y rigidez, con valores de elongación desde 3 al 120 %, resistencia a la tracción de 170 a 270 MPa y Modulo elástico superior a 3 GPa.

También poseen una elevada capacidad de amortiguación, así como buena resistencia a la fatiga y al desgaste, en gran parte debido a su alta cristalinidad y a su integridad estructural

Una de las características de las poliamidas es que sus macromoléculas interaccionan entre sí mediante polarización electrónica o mecanismos de transferencia de carga. Este grado de interacción depende de la afinidad electrónica del anillo de amida.

En la medida en que estas interacciones afecten a las moléculas vecinas de la poliamida, quedara determinado el color, la cristalinidad, la temperatura de transición vítrea, las propiedades mecánicas y la resistencia química del compuesto.

Las poliamidas son resistentes a agentes químicos, a la radiación y a los agentes atmosféricos. A excepción de la PMDA con poliamida que se hidroliza bajo condiciones normales, la mayoría de estos polímeros son muy resistentes a los ácidos, cáusticos, solventes orgánicos y sales incluso a altas temperaturas; y generalmente bioinertes, es decir, no son tóxicas. [6]

La geometría del anillo de amida simula el efecto de volumen de un polímero no polar, haciendo de estos un buen material dieléctrico cuando se combina esas características con alta temperatura y estabilidad química. Estas propiedades eléctricas y su rango de temperatura de funcionamiento han impulsado su uso como material aislante, en sustratos flexibles o componentes eléctricos. [7]

Tras varios estudios en los que se ha examinado un amplio rango de variedades de poliamidas se ha establecido una tendencia de cómo afecta la estructura de la poliamida a sus propiedades.

Sus altas características mecánicas son debidas en buena parte a su cristalinidad y a su alto punto de fusión. Concretamente la característica fundamental de las poliamidas que más afecta a sus propiedades es su facilidad para formar fuertes enlaces de hidrogeno.

Los altos puntos de fusión son atribuidos a su bajo estado líquido de entropía de fusión debido a la posible retención del hidrogeno de los enlaces al fundir. El aumento de este punto de fusión se consigue facilitando la formación de enlaces de hidrogeno.

Propiedades higroscópicas de la poliamida.

La higroscopicidad es la capacidad de los materiales para absorber humedad atmosférica. En algunos polímeros esta absorción de agua actúa como agente plastificante, modificando propiedades como la elasticidad, tenacidad o resistencia al impacto entre otras.

Esta influencia del agua en las poliamidas hace que cambie la temperatura de transición vítrea de las mismas en función de la humedad. En el caso de la PA acondicionada o humedecida tendrá la temperatura de transición vítrea por debajo de la temperatura ambiente por lo que su comportamiento será más dúctil y plástico.

Las cantidades de agua necesarias para producir modificaciones importantes de dimensiones o propiedades a temperatura de servicio son relativamente grandes (del orden del 0,5 %), mientras que para producir un efecto notorio durante la transformación solo son necesarias unas décimas porcentuales de agua. Estos porcentajes pueden ser absorbidos en muy corto espacio de tiempo por la poliamida si se encuentra en un ambiente húmedo.

La presencia de humedad no es fácilmente detectable en la grana, ni tampoco en las piezas, y aunque solo sea la humedad absorbida por condensación puede provocar problemas en la pieza fabricada como pérdida de calidad superficial o pérdida de propiedades mecánicas. Por

lo tanto resulta necesario llevar a cabo un correcto secado del material si se desea obtener piezas de calidad, para lo cual se utilizan deshumidificadores de aire seco.

Estos sistemas realizan un secado previo del aire ambiental antes de efectuar el posterior secado de la granza, lo que resulta en un proceso más efectivo y sin influencias de la humedad ambiental.

Los tiempos y temperaturas de secado adquieren una gran relevancia ya que no respetar las recomendaciones del fabricante puede dar lugar a un exceso de secado que produzca un daño irreparable en el plástico. [8]

Un fenómeno que puede producirse en servicio es la hidrólisis, una reacción química con el agua que origina una pérdida de peso molecular y por tanto una pérdida de propiedades del polímero, especialmente la tenacidad.

Para que la reacción de hidrólisis ocurra en el polímero deben presentarse unas condiciones de alta temperatura y de presencia de humedad. En el caso de la poliamida no es tan susceptible a la hidrólisis como otros polímeros, a menos que esta se encuentre en presencia de un medio ácido o en algunas ocasiones de un medio alcalino. La hidrólisis es un proceso irreversible, en el que el secado del material plástico no restablecerá el peso molecular ni las propiedades iniciales. [9]

Otro síntoma de la humedad en la poliamida son las ráfagas, que es el efecto que se produce cuando las burbujas que se encuentran en el fundido se ven aplastadas contra la superficie del molde por efecto de la presión, dejando una señal en forma de ráfaga.

En la siguiente tabla vemos cómo puede afectar la humedad a la poliamida.

Tabla 2.2. Fenómenos que produce la humedad en la Poliamida.

Material	Síntomas en el proceso	Síntomas en la pieza	Influencia en propiedades mecánicas	Capacidad de hidrolizarse
Poliamida (PA)	Babeo Burbujas en la purga	Ráfagas en la dirección del flujo.	Reducción de la resistencia a impacto Reducción resistencia a tracción	Si

2.1.1. Poliamida 6.

La poliamida 6 (PA 6) es la poliamida extruida más común y ofrece una mezcla equilibrada de todas las propiedades de este grupo de materiales. Es una de las poliamidas más utilizadas debido a la buena disponibilidad de la materia prima, la amplia gama de aplicaciones y la facilidad y viabilidad económica de la producción, transformación y reciclaje de esta. Se caracteriza por excelentes propiedades mecánicas.

La poliamida 6 se obtiene calentando caprolactama a unos 250 ° C en presencia de aproximadamente un 5-10% de agua. Esta es la amida cíclica del ácido e-aminocaprónico, la lactama industrialmente más importante. [10]

El proceso comienza de modo que el oxígeno carbonílico toma un protón de la molécula de agua. Los electrones se reorganizan para dar lugar a un carbocatión; como los carbocationes no son estables, el ion hidróxido que se había formado previamente ataca al carbocatión dando lugar a un diol inestable.

La relocalización de los electrones genera ruptura de la estructura cíclica y forma un aminoácido lineal.

Otra deslocalización de los electrones abre el anillo del monómero formándose una molécula lineal.

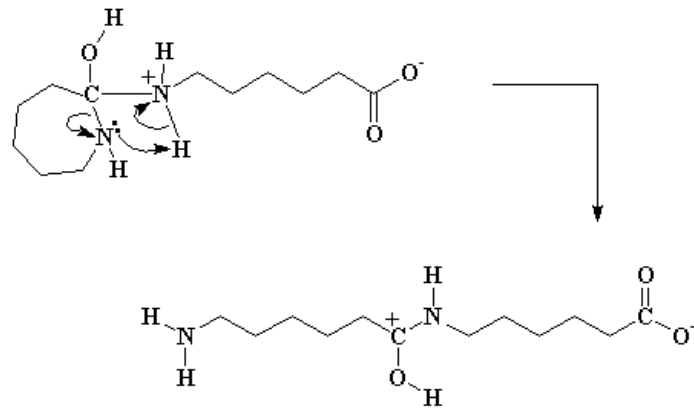


Figura 1: Representación de la transformación del anillo de monómero a molécula lineal

El oxígeno del carboxilato pierde un hidrogeno formándose un dímero completo. Este dímero reacciona con más monómeros dando lugar finalmente a la poliamida 6. [11]



Figura 2. Representación del grupo amida dentro de la cadena polimérica. [12]

Propiedades PA6

- Bajo coeficiente de fricción: Cuanto menor sea este más fácilmente se deslizará una superficie sobre la otra. Además una baja fricción conlleva un menor desgaste del elemento y una generación de calor más baja, lo que permitiendo alargar la vida útil del elemento y reduciendo los costes de mantenimiento. Se suelen utilizar en cojinetes, casquillos, levas, engranajes. [13]
- Excelente resistencia al desgaste y resistencia a la abrasión; en especial en superficies rugosas.
- Absorción de la humedad. La PA6 es higroscópica, al igual que otras poliamidas, tiene predisposición para absorber agua. Esta absorción de humedad de la atmósfera actúa

como un plastificador generando pequeños cambios dimensionales que deben ser tenidos en cuenta en el diseño. [7]

- Temperatura de servicio: Esta poliamida mantiene sus propiedades operando a altas temperaturas aunque generalmente se destina a aplicaciones que presentan un rango de calentamiento estabilizado con temperaturas entre (75-130 ° C). La PA6 está clasificada para unas temperaturas de uso continuo en aire de -40 ° C hasta 90 ° C.[14]
- Resistencia química: Presenta muy buena resistencia a combustibles hidrocarburos, lubricantes y varios solventes orgánicos debido a sus propiedades como semicristalino. Tiene limitaciones al amoníaco agua con cloro y soluciones de potasio. No resiste al ácido sulfurado, fórmico, fosfórico, acético y ciertos oxidantes fuertes.
- Punto de fusión alto y elevada resistencia al choque y la fatiga.
- Su elasticidad permite la absorción de vibraciones o impactos, tiene un punto de reblandecimiento alto y un óptimo comportamiento frente a los agentes atmosféricos.

En la siguiente tabla se presentan los valores aproximados para propiedades de la PA6.

Tabla 2.3. Ficha técnica de la Poliamida 6.

<i>Propiedad.</i>	<i>Valor.</i>	<i>Propiedad.</i>	<i>Valor.</i>
Densidad	1,14 g/cm ³	Dureza Brinell	70/160 MPa
Elongación en punto de fluencia	85 MPa	Temperatura de fusión	220 ° C
Resistencia a rotura por deslizamiento	70 %	Capacidad calorífica	1,7 J/(g.k)
Módulo de elasticidad a la tracción	3200 MPa	Absorción de agua hasta alcanzar la saturación	9.5 %

Tabla 2.4. Comparativa Poliamida 6 en entorno seco (0,1% humedad) y con 50 % de humedad.

<i>Propiedades</i>	<i>Poliamida 6 (0,2% humedad)</i>	<i>Poliamida 6 (50% humedad)</i>
<i>Deformación en rotura (%)</i>	<i>30-100</i>	<i>300</i>
<i>Limite elástico (MPa)</i>	<i>80.7</i>	<i>51</i>
<i>Resistencia flexional (MPa)</i>	<i>108</i>	<i>40</i>
<i>Módulo de Young (GPa)</i>	<i>2.6</i>	<i>0.690</i>
<i>Modulo flexional a 23° C (GPa)</i>	<i>2.7</i>	<i>0.965</i>
<i>Energía en impacto Izod (J/m)</i>	<i>32-53</i>	<i>160</i>

Las poliamidas alifáticas como la poliamida 6 destacan por su capacidad para formar fuertes enlaces de hidrógeno y para maximizar el número de estos enlaces dentro de la cadena de la poliamida. Incluso una parte considerable de dichos enlaces permanecen formados en estado fundido.

La mayor parte de estos puentes de hidrógeno se encuentran en la estructura cristalina mientras que una pequeña cantidad de ellos constituyen la estructura amorfa.

Para maximizar los enlaces de hidrógeno en el estado cristalino de la poliamida, las cadenas de la poliamida adquieren una configuración completamente extendida. En esta configuración extendida, también conocida como fase α , las cadenas de polímeros están orientadas de forma anti-paralela de tal manera que el enlace de amida y las unidades de metileno se encuentran dispuestas en el mismo plano, constituyéndose enlaces de hidrogeno entre cadenas anti paralelas adyacentes que forman una lámina de cadenas de enlaces de hidrogeno.

La fase γ de la Poliamida 6 se forma cuando los enlaces de hidrogeno se forman entre cadenas paralelas de poliamida. Para la formación de estos enlaces es necesario que la amida se extiende unos 60° fuera de la lámina molecular, si no es así difícilmente se llagaran a formar la mitad de ellos.

Existen determinados factores como las condiciones térmicas, tensiones previas, presencia de humedad o aditivos incorporados que pueden afectar a la estructura de la poliamida al cristalizar en el fundido.

Estudios realizados muestran que periodos prolongados de cristalización por debajo de los 130 ° C han propiciado la formación únicamente de la fase Y, mientras que por encima de los 190 ° solamente consigue formarse fase α . [15]

En la siguiente tabla se muestra una comparación entre las características de la fase α y la fase Y

Tabla 2.5. Propiedades de la estructura α y de la estructura Y de la Poliamida 6.

Propiedad	Fase α	Fase Y
Estructura del cristal	Monoclínico	Hexagonal
Constantes geométricas	$a=0,956 \text{ nm}$ $b=1,724 \text{ nm}$ $c=0,801 \text{ nm}$ $\beta=67,5^\circ$	$a=0,472 \text{ nm}$ $c=1,688 \text{ nm}$ $Y=120^\circ$
Reflexión cristalográfica.	(200)	(001)
Distancia interplanar	$d_{200} = 0,370 \text{ nm}$	$d_{001} = 0,413 \text{ nm}$
Densidad (g/cm^3)	1,23	1,16
Calor de fusión (J/g)	241	239

2.2. Nanorefuerzos.

En los últimos años las formas alotrópicas del grafito han experimentado un gran desarrollo de su estudio debido al descubrimiento y la producción del grafeno. Esto ha sido posible al

conseguir aislar el grafeno a temperatura ambiente, algo que inicialmente se consideraba inviable prediciendo que el grafeno aislado sería termodinámicamente inestable.

El grafeno es una estructura nanométrica bidimensional que constituye el grafito a partir de varias capas unidas a través de plano basal por fuerzas de Van der Waals. Para que el grafeno sea considerado como tal debe presentar una superposición máxima de 10 capas.

Su morfología consta de varios anillos hexagonales de carbono unidos por enlaces fuertes.

El grafeno presenta propiedades metálicas; su conductividad lo convierte en un potencial sustituto del silicio en la fabricación de componentes electrónicos. Sus elevadas relaciones superficie/volumen le permiten actuar como un material muy adsorbente, una característica importante en la catálisis; aunque los principales usos de este material se centran en su aplicación como compuestos en polímeros. [16]

2.2.1. Óxido de grafeno

El óxido de grafeno (GO) es una forma oxidada de grafeno, sintetizado a través de la oxidación y exfoliación del grafito.

Una vez obtenido el óxido de grafeno se puede tener en una solución con agua, se puede secar y moler para tener polvo de GO o secar previamente a su deposición en finas láminas obteniendo las películas de GO.

Su geometría describe una lámina bidimensional que contiene átomos de carbono en forma de panal de abeja. El GO comparte la misma estructura del grafeno, pero incluye grupos funcionales intercalados de hidróxido y oxígeno que pretenden eliminar completamente las impurezas de manera que mantenga la forma de panal de abeja con átomos de carbono perfectamente ordenados.

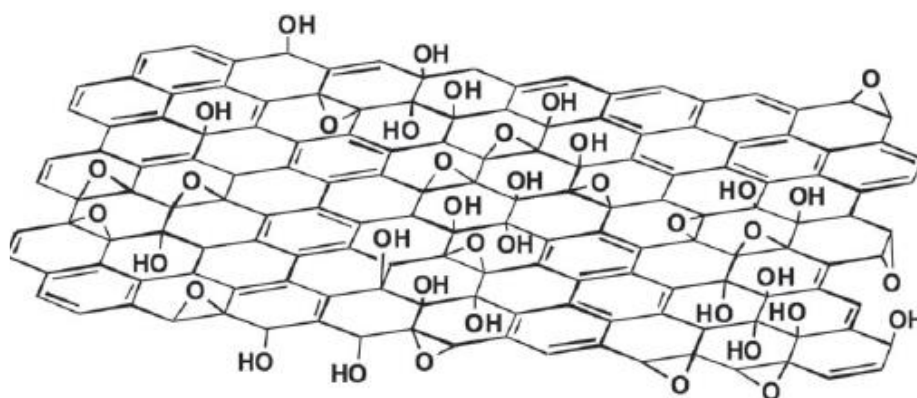


Figura 3. Representación esquemática de la estructura del óxido de grafeno.[17]

Oxidación del grafito

Los métodos utilizados para oxidar grafito tienen en común el empleo de medios ácidos y agentes oxidantes fuertes. A día de hoy el método más utilizado consiste en una mezcla de permanganato potásico (KMnO_4), nitrato sódico (NaNO_3) y H_2SO_4 concentrado. Se trata de un medio más oxidante que facilita la siguiente separación de las láminas del óxido de grafeno resultante. En algunos casos se ha aumentado la proporción de permanganato potásico o se ha llegado a utilizar una mezcla de H_2SO_4 y ácido fosfórico, todo ello con el objetivo de aumentar el grado de oxidación del grafito y consecuentemente su hidrofilia, reduciendo así la emisión de gases tóxicos durante las reacciones.

Exfoliación del óxido de grafito.

El óxido de grafeno al ser higroscópico e hidrófilo, permite que las moléculas de agua se puedan intercalar entre sus láminas y aumentar la distancia entre ellas.

Una de las formas más sencillas de obtener GO es someter el óxido de grafito a ultrasonidos en agua o disolvente apropiado. Otra forma es también es agitar mecánicamente el tiempo suficiente para que se exfolie. Ambos deben realizarse teniendo en cuenta los tiempos de actuación ya que la energía externa aplicada sobre las láminas de GO reduce su tamaño por acumulación de tensiones.

Las propiedades y aplicaciones del óxido de grafeno dependen del grado de oxidación. [18]

- En general el grafeno es un aislante eléctrico pero al reducirlo para obtener óxido de grafeno o grafeno reducido, sus propiedades cambian llegando a tener un conductor o semiconductor e incluso un semimetal.
- Es anfífilo, una característica de los tensoactivos que son capaces de atraer como repeler el agua. Las membranas hechas de GO pueden ser impermeables a muchos gases y líquidos.

- Se ha verificado que las películas de GO son antibacterianas. Pueden emplearse para eliminar residuos radiactivos de aguas.

2.3. PROBETAS. FABRICACIÓN.

Para llevar a cabo la caracterización mecánica del compuesto constituido a partir de la poliamida 6 y el óxido de grafeno se deben fabricar las probetas que se utilicen en los distintos ensayos que se lleven a cabo. Estas probetas se fabrican mediante el proceso de inyección en molde.

2.3.1. Inyección de las probetas.

En el proceso de inyección en molde, un termoplástico en forma de gránulos de polvo atraviesa la tolva de alimentación y entra en la cuba o barril donde es calentado hasta emblandecerse. Posteriormente es dirigido a través de una boquilla hacia un molde a una temperatura considerablemente inferior donde es comprimido firmemente.

Una vez transcurrido un tiempo suficiente para que el plástico haya solidificado el molde se abrirá y la probeta será retirada repitiéndose cíclicamente el mismo proceso.

La máquina de inyección está conformada por 2 módulos principales, la unidad de inyección; donde se inyecta y plastifica el polímero fundido, y la unidad de cierre, que soporta el molde, lo abre y lo cierra además de contener el sistema de expulsión de la pieza.

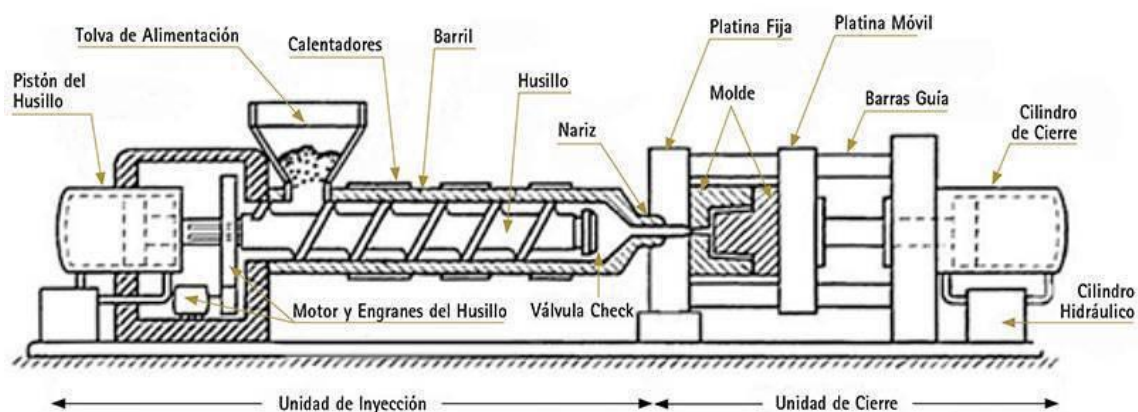


Figura 4. Esquema de máquina de inyección de plásticos.

Los elementos que intervienen en este proceso son los siguientes:

- Husillo: consiste en un enrollamiento helicoidal de acero. El utilizado en estos sistemas es muy similar a los utilizados para extrusión, diferenciándose en la presencia por parte de estos de una válvula anti retorno de flujo al final del recorrido del mismo. Su finalidad es la de impedir que haya ningún flujo en la dirección opuesta al avance del husillo cuando está actuando como embolo.
- Barril y calentadores: El barril es un cilindro hueco aleado capaz de soportar las grandes presiones y temperaturas internas provocadas por la fricción de los gránulos y el husillo.

Debido a la sensibilidad al agua de algunos materiales se han implementado barriles con ventilación sin la necesidad de tener que llevar a cabo un pre-secado.

Si el plástico absorbe agua se producirán cambios en las propiedades como reducción de módulo de elasticidad y aumento de la dureza. Además también existe la posibilidad de que se produzca hidrólisis; una reacción química entre el plástico y el agua que puede causar degradación y reducción de las propiedades de material.

- Boquilla: Se encuentra dispuesta en la parte final del barril y define la manera en la cual la mezcla puede abandonar el barril e ingresar en el molde. También es una región donde la mezcla sufre un calentamiento adicional debido a la fricción y conducción desde una zona caliente hacia los canales de inyección en el molde a inferior temperatura.
- Molde de inyección: es una pieza de alta precisión ingenieril construida con unas tolerancias muy concretas y un gran acabado. Se considera como molde la cavidad; que es la parte fija y expulsión a la parte que se mueve del mismo.

La superficie de contacto entre las 2 mitades del molde es convenientemente mecanizada para que no se produzcan fugas del fundido en la línea divisoria de ambas partes. Estas fugas son muy difíciles de detectar y muy cara su reparación.

Para facilitar la conexión del molde con la máquina, la refrigeración y la retirada del producto del molde se han incorporado sistemas como platos de apoyo, canales directamente dirigidos hacia el molde o pestañas de expulsión.

- Entradas: Es un pequeño orificio que conecta el canal de inyección con la cavidad del molde. Proporciona al sistema de inyección la posibilidad de interrumpir el moldeado, actuando además como una válvula, que permite acceder el fundido al molde [19].

Principio de funcionamiento.

En el sistema de inyección en molde con un husillo de tipo hélice, este desempeña dos funciones básicas. Por una parte rota en la dirección normal al desplazamiento, fundiendo y comprimiendo el material en la cuba, y por otra parte mientras no rota, mueve hacia adelante el material a modo de émbolo.

Una vez el molde se ha cerrado comienza el proceso de inyección; el extrusor sin rotar se mueve hacia adelante para inyectar el material fundido en el molde frío en unas condiciones de presión y temperatura determinadas. En la fase de llenado volumétrico la velocidad lineal del husillo es el parámetro fundamental a controlar para definir el caudal de material que se desea inyectar.

El aire en el interior es eliminado a través de pequeños respiraderos en los extremos del camino del flujo de material fundido.

La disminución de volumen y la pérdida de presión debida al enfriamiento que experimenta el material se compensan con la introducción de más material en el molde. Cuando la cavidad está llena el extrusor sigue aplicando una presión que mantenga la ya alcanzada. Esta presión debe ser la misma en toda la pieza, para obtener por lo tanto una pieza homogénea, con una distribución uniforme de densidad y de propiedades.

Una vez introducido todo el material plástico en la cavidad del molde, la pieza se enfría en su interior hasta alcanzar la presión atmosférica y la temperatura a la que se debe expulsar. Cuando la entrada se ha bloqueado al solidificar el material, ya no puede entrar más fundido al molde y el extrusor retrocede su avance preparando el paso de más material a través de la tolva para la siguiente inyección.

Entonces el husillo es retenido por el pistón hidráulico debido a la contrapresión que ejerce dicho pistón. En esta fase se realiza un aporte de calor al material plástico para fundirlo

mediante dos mecanismos, a través de resistencias eléctricas y con el rozamiento del propio husillo. [20]

Defectos en la inyección.

A lo largo de todo este proceso pueden producirse defectos que repercutan en el resultado final de las probetas. Estos defectos dependen de todos los elementos implicados en el proceso de transformación; los más comunes son:

- Inyección incompleta: cuando la cavidad no se llena del todo por una falta de material plástico o por solidificación del material que impide el avance del mismo
- Rebabas: es una fina capa de material que fluye fuera de la cavidad generalmente producida por exceso de presión y alta fluidez del material.
- Deformaciones: pueden presentarse debido a la contracción diferencial entre distintas partes de la pieza. Esta se debe a distintas orientaciones del material plástico en el molde o enfriamientos rápidos que produzcan tensiones residuales.
- Marcas de flujo: son defectos estéticos localizados en la superficie de la pieza. Debidas a la existencia de turbulencias en la zona de entrada, presencia de humedad o a un quemado cerca de la entrada.
- Rechupes: son la carencia del material debido a la contracción del plástico y la falta de aporte para compensarlo.
- Quemaduras: marcas negras que aparecen en la superficie del material cuya causa es la aceleración del frente de flujo al final de la cavidad o una mala localización de las salidas de aire.[21]

2.3.2. Inyección de la poliamida 6

Debido a su característica higroscópica la poliamida debe someterse a un secado antes de su procesado. Los gránulos de polímero absorben la humedad que se encuentra en el aire pudiendo generarse problemas de moldeo en la inyección.

Se recomienda llevar a cabo este secado a una temperatura no superior a los 80 ° C y utilizar secadoras de aire seco. Los gránulos secados deben procesarse tan rápidamente como sea posible mientras estén calientes. Además es importante no excederse en el secado ya que puede causar decoloración y fluidez reducida.

El esfuerzo térmico de la masa fundida se mantiene tan bajo como sea posible a fin de evitar efectos no deseados como cambios en las propiedades del plástico, generación de productos de descomposición, ventilaciones obstruidas o la corrosión del molde. Por ello conviene evitar altas temperaturas de fusión y largos tiempos de funcionamiento.

Al rotar el tornillo los gránulos que se desplazan en el interior de cilindro chocan con sus paredes y el fundido, lo cual a una velocidad inapropiada puede generar un sobrecalentamiento causando daños en el polímero.

La presión de inyección y la contrapresión depende del tipo de material. La contrapresión sirve para compensar la contracción de volumen que se produce al enfriarse el material, y debe ser lo suficientemente alta como para alcanzar una presión en la cavidad que permita el llenado completo del molde sin ninguna marca de hundimiento.

Esta presión dependerá también de la velocidad de inyección, temperatura de fundido o geometría de la boquilla. En general será fijada tan baja como sea posible, y se deberá mantener hasta que el sistema de compuerta se haya congelado.[22]

En el proceso de inyección, dependiendo de las condiciones de cristalización, la PA6 puede llegar a desarrollar 2 fases cristalinas; la fase α y la fase γ , obteniendo diferentes propiedades del polímero sólido en cada una de ellas.

La fase α se caracteriza por una alta compactación molecular y un elevado Modulo de Young mientras la fase γ presenta mayor ductilidad.

Condiciones de enfriamiento más lento favorecen la formación de la fase α y la transformación de fase γ a fase α fue observada durante recocido térmico.

Se ha concluido en que la región superficial de los moldes obtenidos presentan una composición de fase γ debido al rápido enfriamiento de la superficie que limita la posibilidad de movimiento a las cadenas de polímero; mientras que en la zona del núcleo obtenemos una mezcla de tanto fase α como de fase γ .

2.3.3. Fabricación de las probetas.

Para la fabricación de las probetas se cuenta con dos materiales base que fueron secados en estufa a 70 °C durante cuatro días:

- Poliamida 6 pura (color blanco)
- Poliamida 6 con un 1 % en peso de óxido de grafeno (GOx-40). (Color negro)

A partir de estos dos materiales se fabricaran 4 condiciones de refuerzo mezclando las bases en diferentes condiciones. Para la fabricación de cada una de las condiciones de refuerzo se utilizaron 2 kg de material en las siguientes proporciones:

- **0%:** 2 kg de PA pura
- **0,25%:** 1,5 kg de PA pura + 0,5 kg de PA 6 con 1% de óxido de grafeno
- **0,5 %:** 1 kg de de PA pura + 1 kg de PA 6 con 1% de óxido de grafeno
- **1%:** 2 kg de PA 6 con 1% de óxido de grafeno

En las Figuras 6 a 8 se puede ver el proceso de mezcla de la materia prima para conseguir diferentes grados de refuerzo.



Figura 6. Pesaje de las materias primas para realizar la mezcla.



Figura 7. Mezcla del 0,25 % de óxido de grafeno.



Figura 8. Mezcla del 0,5 % de óxido de grafeno.



Figura 5. Imagen de las distintas probetas fabricadas para este estudio.

Una vez realizadas las mezclas adecuadas se fabrican las probetas de ensayo. Para ello se empleó una máquina de inyección ARBURG ALLROUNDER 221K de 350 kN de capacidad de cierre de molde.



Figura 9. Inyectora empleada para la fabricación de las probetas

Para la inyección de estas probetas se fijaron los siguientes parámetros:

- Temperatura: 270 °C
- Presión de inyección: 1000 bares
- Postpresión: tres etapas secuenciadas 5 s de 600, 500 y 400 bares.

El molde empleado por la inyectora genera probetas de tracción con forma de halterio tipo 1B según UNE-EN ISO 527-2, ver figura 10.

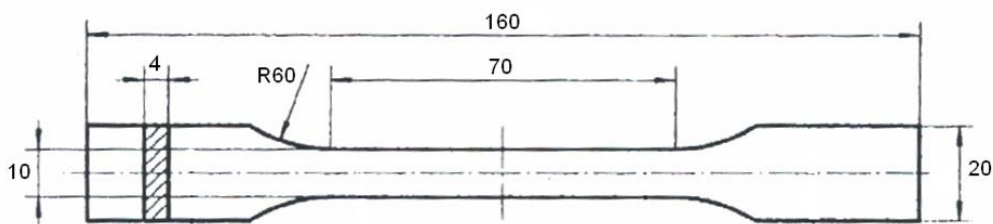


Figura 10. Dimensiones de las probetas empleadas

En la figura 11 se muestra el aspecto de las probetas al salir del molde. El molde presenta dos cavidades, de forma que en cada uno de los ciclos de inyección se fabrican dos probetas a la vez, como se puede apreciar en la imagen.

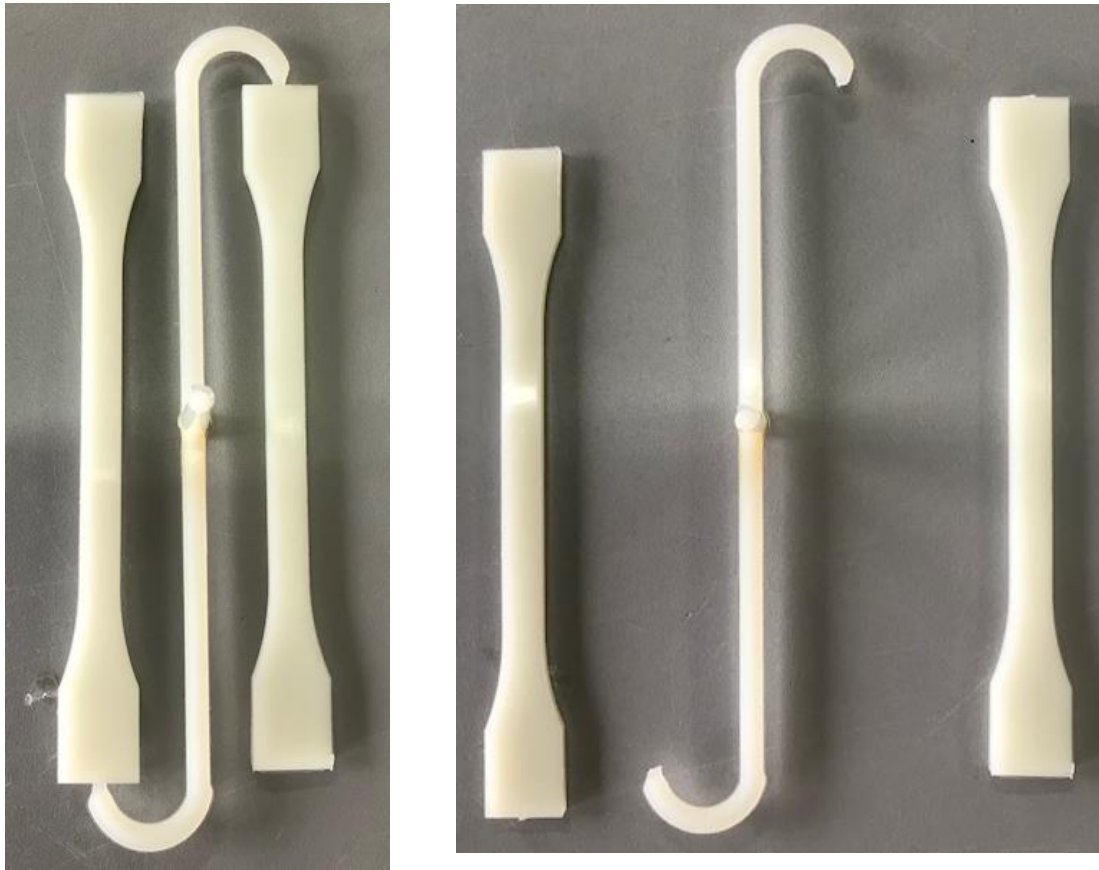


Figura 11 Aspecto de la probeta al salir del molde.

La figura 12 muestra la pobretas fabricadas de poliamida pura sin refuerzo.



Figura 12. Probetas fabricadas de Poliamida 6 pura.

Preparación de las probetas.

Para los ensayos de impacto Charpy se han utilizado probetas que han sido obtenidas según se indica en la normativa ISO 179-1;2000. Las probetas deben prepararse mediante moldeo por compresión o inyección del material todo ello siguiendo las especificaciones indicadas en la norma UNE EN ISO 179-1. La geometría es la que se muestra en la figura 13.

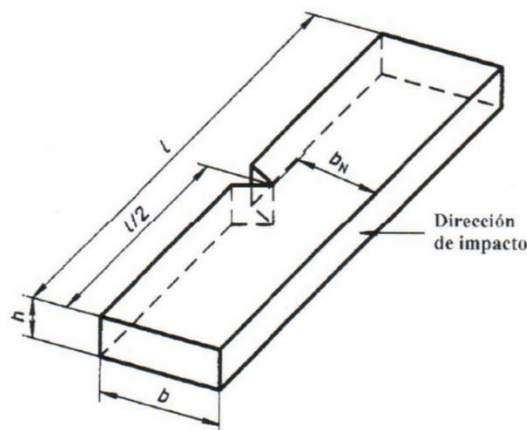


Figura 13. Geometría de las probetas para el ensayo Charpy.

Las dimensiones de las probetas que se van a utilizar en este ensayo serán:

- Cota h (espesor) = 4mm
- Cota b (anchura) = 10mm
- Cota L (longitud) = 80mm

Las probetas no pueden contener tensiones y sus caras deben cumplir una condición paralelismo. Las superficies y los bordes de las probetas no pueden contener ralladuras ni ningún tipo de deformidad. Todas estas condiciones deben comprobarse antes del ensayo por medio de observación visual o mediante la medición con calibre micrométrico.

Entallado de las probetas.

Como se puede observar en la anterior figura, las probetas tienen que tener un entallado, debiéndose realizar dicha entalladura según se indica en la norma UNE-EN ISO 179-1:2011.

Según la normativa la entalla deberá tener una profundidad de 2 mm, ángulo entre caras opuestas de 45° y un radio el fondo de entalla 0,25 mm.

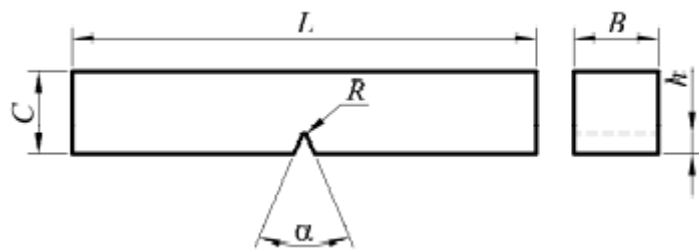


Figura 14 Geometría de entalla para probetas Charpy.

Por tanto la sección neta de la probeta Charpy será $4 \times (10-2) \text{ mm}^2$, es decir 32 mm^2 .

Tras su fabricación las probetas deben ser adecuadas para el ensayo Charpy, ya que al solo disponer de un molde de inyección las probetas que tenemos son las mismas que para el ensayo de tracción. Después de haberlas numerado de acuerdo al porcentaje de óxido de grafeno mezclado, tendremos 4 tipos de probetas (0%, 0,25%, 0,5% y 1 %).

Tomamos 7 probetas de cada tipo y las modificamos para efectuar el ensayo Charpy. Para ello eliminamos en cada una de ellas la longitud de sujeción de mordazas mediante una sierra convencional, manteniendo el fuste de la probeta.



Figura 15. Obtención de la probeta de impacto.

Mediante una entalladora manual generaremos una concentración de tensiones en el punto medio de la probeta hasta una profundidad de 2 mm.

Comenzamos fijando la probeta de manera que esta quede centrada. Acercamos la misma a la cuchilla de la maquina hasta que toque la probeta, donde fijaremos el ``cero`` presionando ``SET`` dos veces. Una vez definido el cero procedemos a eliminar material mediante el giro de una manivela que regula la altura de la cuchilla y una rueda que mueve el carro de la probeta hacia la cuchilla regulando la gradualmente hasta los -2.000 mm.

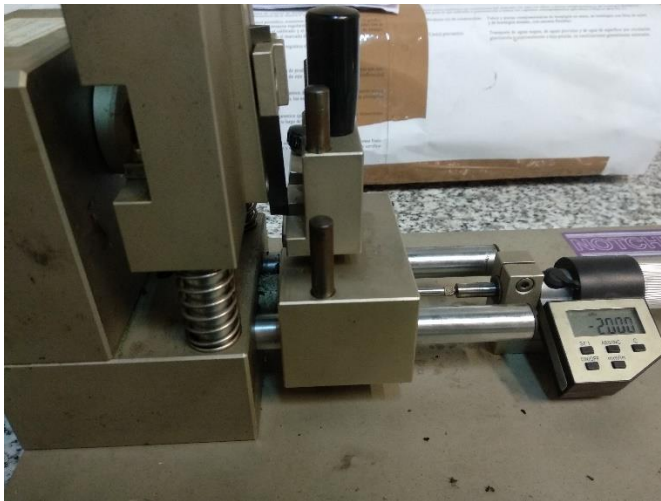


Figura 16. Entalladora manual.

Figura 17. Detalle de la cuchilla de la entalladora.



Figura 18. Aspecto de la probeta de impacto entallada

Tras repetir este proceso con las 28 probetas, estas son depositadas en un horno a una temperatura de 60° C hasta el momento del ensayo, con el fin de que no aumente la humedad en masa.

3. METODOLOGÍA EXPERIMENTAL

3.1. ABSORCIÓN DE AGUA.

Para estudiar la influencia de la humedad en los distintos compuestos presentes llevaremos a cabo un análisis tomando dos grupos de control:

- En el primer grupo, con 4 probetas y una de cada tipo, permanecerán en un baño de agua cerrado a una temperatura constante de 50 ° C. Las probetas de este grupo son identificadas mediante la nomenclatura 1-PA, 1-PA025, 1-PA05, 1-PA1
- En el segundo grupo también tendremos una probeta de cada grado de refuerzo, en total unas 4 que permanecerán constantemente depositadas en un recipiente lleno de agua. Las probetas de este grupo son identificadas mediante la nomenclatura 2-PA, 2-PA025, 2-PA05, 2-PA1

Periódicamente se toma medida del su peso de la probeta y se analizando la ganancia de humedad. Para ello en primer lugar antes de cada registro de la masa, se procede a secar adecuadamente las muestras para intentar mantener la mayor precisión en el proceso.

Las mediciones comienzan tomándose diariamente durante la primera semana. Cuando se empieza a vislumbrar una estabilización de la medida, a partir de entonces se empieza a medir 3 veces por semana para después tomar una sola medida semanal hasta el final del ensayo que duró un total de 2 meses.

3.2. ENSAYO DE TRACCION.

El ensayo de tracción es uno de los ensayos más utilizados para la caracterización mecánica de un material. Consiste en someter a una probeta a un esfuerzo axial de tracción creciente hasta que se produce la rotura de la misma.

Se realiza mediante dinamómetros o máquinas de tracción con velocidad regulable y un registro gráfico.

En el ensayo se mide el alargamiento producido entre 2 puntos fijos de la probeta (Δl) mediante un extensómetro del que se conoce su base de medida (l_0) a medida que se va aumentando la carga aplicada (F).

Una vez obtenidos los valores de fuerza y de incremento de longitud se determina para cada punto los valores de tensión y deformación a partir de las siguientes expresiones.

- Tensión: $\sigma = F/A_0$ (siendo A_0 , la sección transversal inicial de la probeta, es decir $A_0 = 10 \times 4 \text{ mm}^2 = 40 \text{ mm}^2$)
- Deformación: $\varepsilon = \Delta L/L_0$ (expresado en valor unitario. Para expresarlo en valor porcentual se multiplicaría por 100).

Con los valores de tensión y deformación se representa el diagrama tensión-deformación que tiene un aspecto similar al indicado en la figura ***

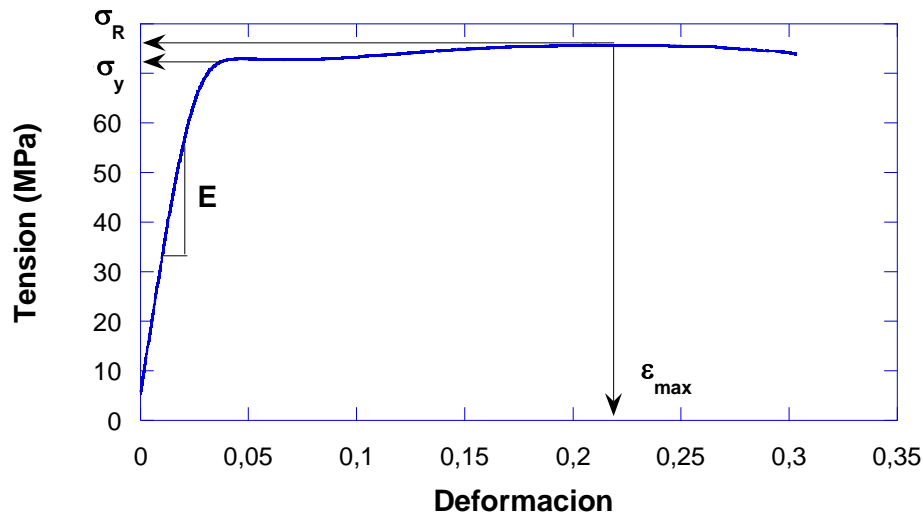


Figura 19. Aspecto del diagrama tensión-deformación genérico

En el diagrama se distinguen 2 zonas diferenciadas.

- Un primer tramo que se corresponde con el comportamiento elástico del material, donde las deformaciones sufridas no son permanentes, sino que el material recupera su forma original al cesar el esfuerzo. Se corresponde con la primera parte de la curva, donde la relación σ - ϵ es una línea recta.
- El segundo tramo se denomina zona plástica y corresponde a la parte de la curva que se vuelve más horizontal. En esta zona si se descarga el material la deformación ya no es recuperable y aparecen deformaciones plásticas o permanentes. Esta zona se define por la conservación de volumen hasta la estricción, momento a partir del cual la sección disminuye rápidamente hasta producirse la rotura.

En el ensayo de tracción se determinan las principales propiedades mecánicas del material de moldeo. La información obtenida a partir de este ensayo es muy completa siendo posible determinar parámetros elásticos, resistentes y de ductilidad.

Los parámetros que se suelen utilizar con fines comparativos son:

- El módulo de elasticidad o Módulo de Young (E), expresado en [GPa]. Relación entre la tensión y la deformación en la zona de comportamiento elástico.
- Límite elástico (σ_y). Es la tensión a partir de la cual las deformaciones dejan de ser reversibles, por lo tanto, la tensión utilizada en el rango elástico. Expresada en [MPa], resulta difícil de medir ya que es preciso aplicar una tensión a la probeta y retirarla

posteriormente para comprobar si ha recuperado o no la longitud inicial. Por este motivo se utiliza por convenio el límite elástico al 0.2 % y se define como aquella tensión que genera deformaciones permanentes del 0,2 %.

- Tensión de rotura (σ_R): Máxima tensión que soporta la probeta durante el ensayo, expresada en [MPa].
- Deformación bajo carga máxima (ϵ_{\max}). Se corresponde la deformación del punto de la probeta que presenta la mayor tensión.

Procedimiento experimental.

Se toma la probeta y se mide el ancho y el espesor a lo largo de la misma en distintos puntos a lo largo de su sección. Se hace una marca en la probeta para posteriormente poder medir el alargamiento experimentado.

La probeta se coloca dentro de las mordazas tensoras de manera que se adapte bien y este centrada; una vez conseguido esto se cerraran las mordazas mediante accionamiento neumático, quedando restringido su movimiento.

La fuerza inicial no debe ser muy elevada al igual que se deberá supervisar que no se produce deslizamiento entre la probeta y las mordazas ya que podría falsear el resultado del ensayo.

Se fija la velocidad de ensayo de acuerdo a ISO-527, provocando la rotura de esta en un tiempo comprendido entre los 0,5 y 5 minutos.

La máquina de ensayos está diseñada para alargar la probeta a una velocidad constante para medir continua y simultáneamente tanto la carga instantánea aplicada, mediante una célula de carga, como el alargamiento mediante un extensómetro.

El ensayo es destructivo, la probeta del ensayo es deformada permanentemente y a menudo rota. En la siguiente imagen vemos la secuencia del proceso y la deformación de la probeta hasta el fallo.

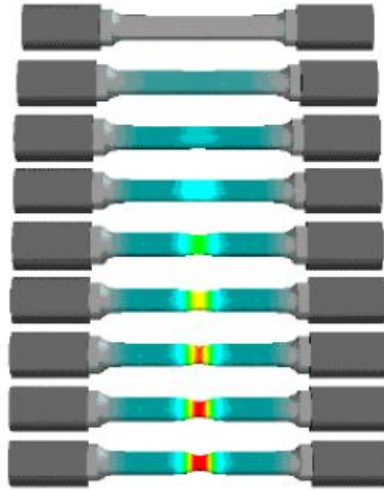


Figura 20. Evolución a lo largo del ensayo de la deformación en la probeta

En la realización del ensayo se utilizaron 5 probetas de cada una de las cuatro configuraciones diseñadas para el estudio, es decir, PA6 pura y PA6 con porcentajes de refuerzo de 0.25 %, 0.5%, 1 % de óxido de grafeno. En total fueron ensayadas unas 20 probetas.

Para la ejecución de los ensayos se utilizó una máquina de ensayos universal servohidráulica, modelo INSTRON de 100KN de capacidad dotada de mordaza plana hidráulica de presión ajustable para poder sujetar la probeta sin causar daños en la misma.

El extensómetro empleado para la medida de las deformaciones modelo INSTRON, posee una base de media L_0 de 25 mm y un rango de medida de ± 5 mm.



Figura 21. Máquina INSTRON utilizada en el ensayo de tracción.



Figura 22. Detalle de la célula de carga empleada y colocación del extensómetro.

3.3. ENSAYO DE IMPACTO.

Uno de los ensayos más extendidos a la hora de definir la caracterización a alta velocidad de deformación es el Ensayo Charpy.

Este método consiste en golpear mediante una masa o martillo, una probeta que se encuentra posicionada, cerca de sus extremos, entre unas mordazas paralelas. La masa, M , la cual se encuentra acoplada al extremo de un péndulo de longitud, L , se deja caer desde una altura inicial, h_0 , a partir de donde se controla la velocidad de aplicación de la carga en el momento del impacto.

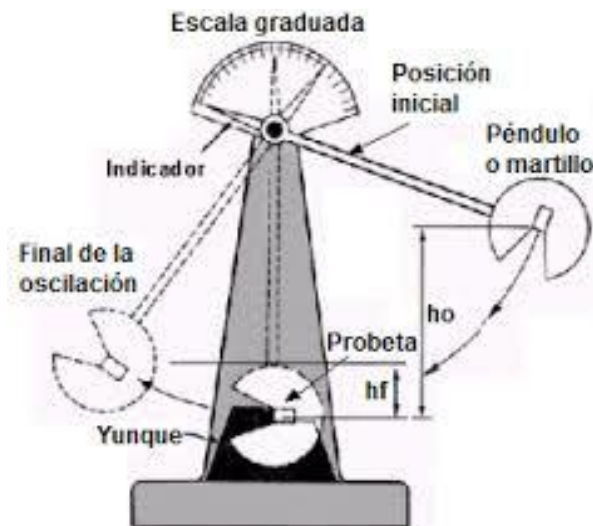


Figura 23. Representación del ensayo de impacto Charpy.

La masa impacta perpendicularmente en la mitad de la distancia entre los soportes; en el dorso de la cara entallada de la probeta normalizada, fracturándola en su desviación descendente.

Una vez se ha producido el impacto, el péndulo alcanzará una altura determinada que dependerá de la energía consumida por la rotura de la probeta. Si la probeta es frágil absorberá poca energía y el péndulo alcanzará una altura relativamente alta. Por el contrario, si la probeta presenta un comportamiento más dúctil, se consumirá mucha energía en la rotura y el péndulo subirá menos altura.

Conociendo la masa del péndulo y la diferencia entre la altura inicial, h_0 , y la altura final tras el impacto, h_f , del mismo, se puede medir la energía absorbida en el impacto mediante la siguiente expresión.

$$\Delta E = E_{p0} - E_{pf} = mgh_0 - mgh_f = mg(h_0 - h_f) = mg\Delta h \text{ [J]}.$$

Otro parámetro mediante el cual poder calcular la cantidad de energía almacenada por el material antes de romperse es la resiliencia, según la expresión:

$$R = \Delta E / A_N \text{ [J/cm}^2\text{]}$$

Donde A_N es el área transversal neta de la probeta, que en este caso sería $A_N = 0,8 \times 0,4 \text{ cm}^2$.

Es importante conocer el comportamiento mecánico de los materiales, cuando son solicitados a las condiciones más extremas en servicio. Es por ello que muchos de los ensayos de impacto se realizan en condiciones en las cuales se favorece la fractura frágil.

Entre los factores que contribuyen a modificar el modo de fractura se encuentran:

- La velocidad de aplicación de la carga: esta depende del ángulo α de inclinación del péndulo una vez es liberado. A bajas velocidades, materiales relativamente frágiles tienen un buen comportamiento al impacto, mientras que a altas velocidades hasta los materiales muy plásticos presentan aspecto frágil. Todos los materiales parecen tener una velocidad crítica por encima de la cual se hacen frágiles.
- La presencia de concentradores de tensiones: Esto se consigue mecanizando una entalla en la probeta del material a estudiar. La entalla en las probetas de ensayo genera una concentración de esfuerzos que provoca el fallo en ese punto. Tanto el largo como el radio de la entalla son factores que influyen en el resultado del ensayo. Cuanto mayor sea el radio de curvatura en la base de la entalla, la concentración de tensiones será menor y, por lo tanto, se obtendrá un valor mayor de energía de impacto.
- La exposición a diferentes temperaturas: El aumento progresivo de la temperatura provoca un aumento de la energía de impacto, hasta estabilizarse para determinados valores de energía. La transición en el comportamiento frágil-dúctil se produce en un rango de temperaturas, de amplitud variable con el material de ensayo. Al no existir una única temperatura de transición su determinación es puramente convencional, variando para un material dado según las especificaciones utilizadas.
- La morfología del polímero: La orientación de las cadenas puede mejorar el impacto en polímeros amorfos, sin embargo, en polímeros semicristalinos, una alta orientación puede dar lugar a una fractura más frágil. El aumento del grado de cristalinidad del polímero disminuye el esfuerzo al impacto e incrementa la probabilidad de fractura frágil.

- Las condiciones de procesamiento: Condiciones de procesamiento inadecuadas como en la aplicación de la presión de compactación pueden llegar a disminuir la tenacidad del polímero o pueden actuar como acumuladores de esfuerzos. Las elevadas temperaturas pueden ocasionar la degradación del material.

En este estudio se realiza empleando el Ensayo Charpy Instrumentado.

La diferencia con el ensayo Charpy convencional es la forma de medir la energía consumida en la rotura. Mediante este método se registra la energía midiendo la fuerza de impacto en función del desplazamiento en flexión de la probeta. La metodología del ensayo será la misma que el Charpy tradicional y se utilizarán los mismos equipos.

Este método requiere disponer de un sistema de adquisición de datos muy potente que permita registrar los puntos suficientes durante los pocos milisegundos que dura el impacto, para poder ser analizados.

El sistema de adquisición de datos (DAS) del péndulo Charpy registra la curva de fuerza-tiempo obtenida durante el impacto gracias al martillo instrumentado con una célula de carga en la cuchilla que golpea a la probeta. El sistema es capaz de registrar 2000 puntos durante los 8 milisegundos que dura el impacto.

A partir de los resultados obtenidos podemos calcular los siguientes parámetros. [23]

- Velocidad de impacto, v (m/s): es la velocidad de la masa del péndulo con respecto a los soportes de la probeta en el momento del impacto. Este parámetro se determina a partir de la expresión:

$$v_i = \int_i \frac{F(t)}{M_{total}} dt \qquad v_i = v_{i-1} - t_{sampling} \frac{\frac{F_i + F_{i-1}}{2} - g(M_{total})}{M_{total}}$$

- Flexión, s en (m): representa el desplazamiento de la maza del péndulo con respecto a los soportes de la probeta después del impacto, desde el primer contacto entre la maza y la probeta.

$$s(t) = v_0 t - \frac{L_p \times g}{M_H} \int_0^t \int_0^{t_1} F(t) dt dt_1 \quad s_i = \sum_{i=0}^{i-1} s_i + t_{\text{sampling}} \frac{v_i + v_{i-1}}{2}$$

- Energía de impacto: es la energía empleada en acelerar, deformar y romper la probeta durante la flexión. Representa el área encerrada bajo la curva fuerza-flexión. Se obtienen mediante las siguientes expresiones.

$$E_i = \int_0^{s_j} F(s) ds \quad E_i = \sum_{i=0}^{i-1} E_i + t_{\text{sampling}} \frac{F_i v_i + F_{i-1} v_{i-1}}{2}$$

- Resistencia al impacto Charpy, (acN) (KJ/m⁴): representa la energía de impacto en la rotura con respecto al área transversal inicial central con entalla. Se calcula mediante

$$a_{cN} = \frac{E_B}{hb_N} \times 10^3$$

Dónde:

- tsampling: tiempo de muestreo (s) = t – t_{i-1}
- t: tiempo (s).
- F(t): fuerza medida en el tiempo t tras el impacto (N).
- F(s): curva de fuerza-desplazamiento.
- F: fuerza de impacto (N).
- Mtotal: masa del martillo (kg).
- g: aceleración debida a la gravedad (m/s²).
- Lp: longitud del péndulo (m).
- M_H: momento horizontal del péndulo (N.m).
- h: espesor de la probeta (mm).

- b_N : anchura medida desde la base de la entalla (mm).
- E_B : energía en la rotura (J).

Ejecución del ensayo.

La ISO 179 especifica un método de ensayo para determinar las propiedades a impacto Charpy a partir de los diagramas fuerza-flexión. Es adecuada para caracterizar el comportamiento a impacto pero únicamente a partir de la resistencia a impacto y con un aparato donde la energía potencial este ajustada a la energía particular de la rotura a medir.

La información sobre el comportamiento típico de los materiales puede conseguirse ensayando a diferentes temperaturas, variando el radio de la entalla o cambiando el espesor de la probeta. El método de ensayo es el siguiente.

Una probeta en forma de barra soportada cerca de sus extremos como un travesaño horizontal es impactada perpendicularmente en la mitad de la distancia de los soportes y doblada a una velocidad nominal constante elevada. Durante el impacto se registra la fuerza de impacto.

Para evitar obtener resultados que no puedan compararse debido al comportamiento viscoelástico del material ensayado, la disminución de la velocidad durante el impacto no debe ser mayor del 10 %.

El diagrama fuerza flexión obtenido en esos ensayos describe el comportamiento a impacto curvado a alta energía de la probeta a partir de la cual se pueden intuir algunos aspectos de las propiedades del material. Los resultados son únicamente comparables si la preparación de las probetas así como las condiciones del ensayo son las mismas.

Para medir la fuerza ejercida sobre la probeta el percutor puede estar equipado con medidores de deformación o un transductor piezoeléctrico. El sistema de medición debe ser capaz de medir fuerzas con una exactitud igual o dentro del 1 % del valor máximo de la fuerza correspondiente. Se debe realizar una calibración del sistema antes de su uso y los errores en la medición tras la calibración deben ser menores del $\pm 2\%$.

La flexión de la probeta como función del tiempo puede calcularse mediante la integración doble de la curva fuerza-tiempo o medirse directamente. [23]

El procedimiento operatorio para la consecución del ensayo es el siguiente.

- El ensayo se lleva a cabo en la misma atmosfera que la utilizada para el acondicionamiento o asegurando que el tiempo transcurrido entre el acondicionamiento y el ensayo es lo suficientemente corto para prevenir que las probetas sufran cualquier cambio en su estado material y propiedades mecánicas. Para el caso de las poliamidas, tiempos de transferencia de las probetas de hasta 30 minutos no han dado lugar a diferencias significativas.
- Se determina la anchura y espesor de acuerdo a ISO 179-1.
- Se comprueba que la máquina de ensayo tiene la velocidad de ensayo especificada. Se anota con una exactitud de ± 1 %
- Se lleva el vector de energía a su posición de partida. Se coloca una probeta en los soportes de tal manera que el borde del percutor golpee el centro de la probeta. La probeta entallada se alinea de tal forma que el centro de la entalla se localice directamente en el plano de impacto.
- Se retira el vector de energía. Se anota la fuerza ejercida durante el impacto y la flexión de la probeta en función del tiempo.

En este ensayo el péndulo utilizado fue un IMPACTOR II de CEAST de 5 J de capacidad.



Figura 24. Imagen del equipo utilizado.

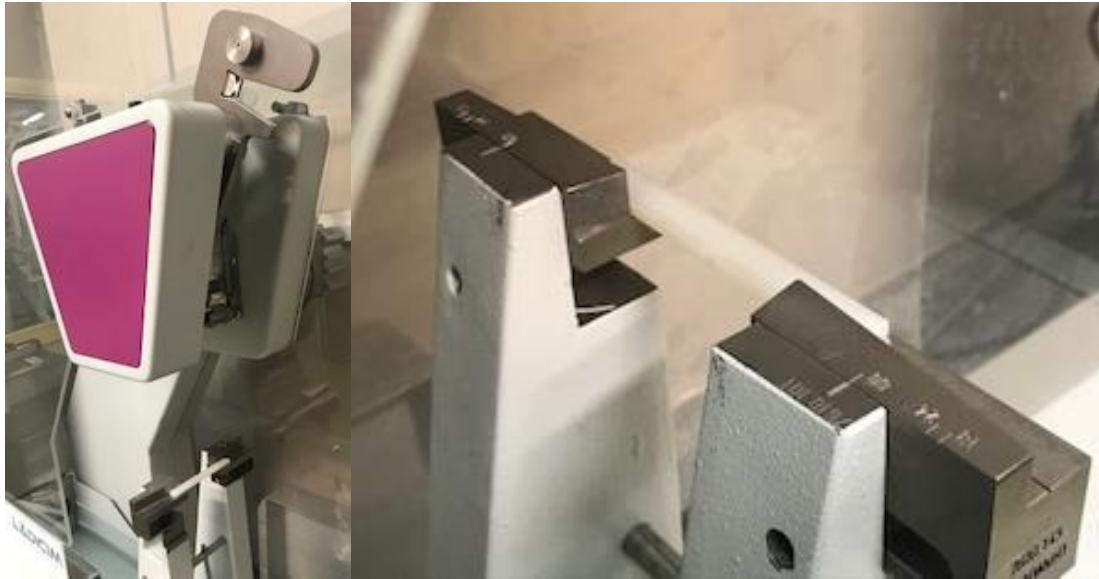


Figura 25. Detalle de la colocación de la probeta en los soportes de apoyo

La distancia entre los apoyos de la probeta calibrados fue de 60 mm.

3.4. ENSAYO DE FATIGA ACELERADA LOCATI

Para determinar el comportamiento a largo plazo del material bajo esfuerzos variables de fatiga emulando sus condiciones de servicio en determinadas circunstancias se procede a realizar un ensayo de fatiga acelerado.

La metodología de este ensayo consiste en aplicar una fuerza máxima escalonada y creciente a partir de un valor inferior a la resistencia a fatiga estimada, durante un número constante de ciclos a una frecuencia determinada. En la siguiente imagen se muestra esquemáticamente los trenes de indas en cada bloque de carga.

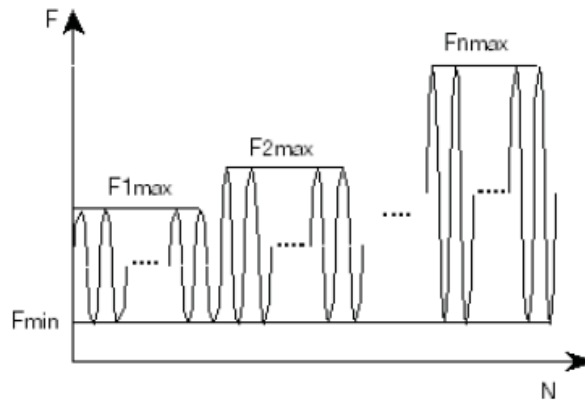


Figura 26. Bloques de ciclos de carga.

Este tipo de ensayo se presenta como alternativa a otros tradicionales enfocados a determinar la endurance de un material a través de la curva Wohler y el Staircase, permitiendo estimar de forma rápida con único ensayo, la resistencia a fatiga del componente estudiado. [24]

Antes de comenzar el ensayo, mediante el sistema informático PC2K se creará el programa que ejecutará la máquina de ensayos. Para cada una de las doce secuencias programadas tendremos una función escalón y una función senoidal.

Para la función senoidal se aplicaron bloques de fatiga de 25000 ciclos y una adquisición de datos de 1/250 que permita registrar unos 100 datos por onda.

La tensión de rotura del material se cifra en $\sigma_R = 75 \text{ MPa}$ y por lo tanto una fuerza de rotura de 3000 N. Estudiamos la fatiga para una relación de tensiones $R = \frac{\sigma_{min}}{\sigma_{max}} = 0.1$

Los valores de cada uno de los parámetros involucrados en el ensayo vienen detallados en la siguiente tabla.

Tabla 3.3. Valores empleados para llevar a cabo el ensayo de fatiga LOCATI.

Secuencias		Fmin	Fmax	Nivel medio	Amplitud (A)	Frecuencia (f)	Ciclos (N)	Vrampa
0	1	90	900	495	405	5	25000	80
2	3	100	1000	550	450	5	25000	5
4	5	110	1100	605	495	5	25000	5
6	7	120	1200	660	540	5	25000	5
8	9	130	1300	715	585	5	25000	5
10	11	140	1400	770	630	5	25000	5

12	13	150	1500	825	675	5	25000	5
14	15	160	1600	880	720	5	25000	5
16	17	170	1700	935	765	5	25000	5
18	19	180	1800	990	810	5	25000	5
20	21	190	1900	1045	855	5	25000	5
22	23	200	2000	1100	900	5	25000	5

En la siguiente imagen se observa los ciclos de carga programados en el ensayo.

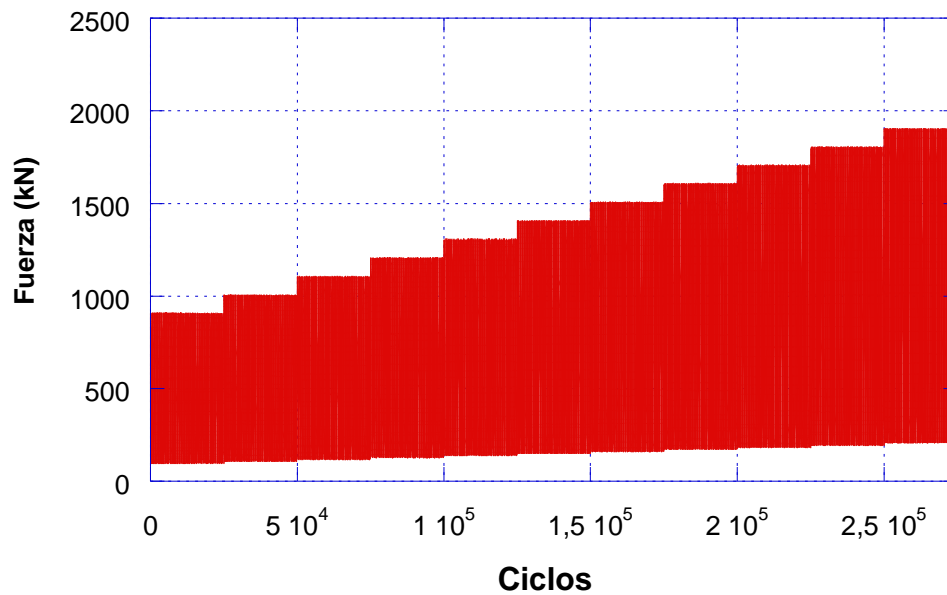


Figura 27. Bloques de ciclos de carga creciente del ensayo LOCATI.

3.5. ENSAYO FLUENCIA.

En el ensayo de fluencia, las probetas se exponen a una carga estática con el fin de evaluar el aumento de la deformación a lo largo del tiempo. Durante el ensayo, que suele durar unas 1000 horas, se registra el alargamiento de la probeta. A partir de estos datos, se pueden generar curvas de creep que representan claramente el comportamiento de larga duración de polímeros.

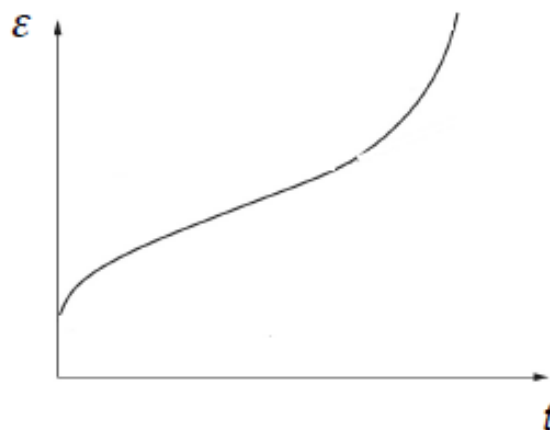


Figura 28. Curva de fluencia característica obtenida en el ensayo.

Los ejes de ensayo van equipados con mordazas de tracción, con las que se sujetan las probetas sin deslizamiento, generalmente del tipo 1A según la norma ISO 527-2. La carga de ensayo se calcula según los requisitos y debe aplicarse sin impactos, manteniéndose constante. En los ensayos realizados se aplica una fuerza de 2 kN (en torno al 70 % de la carga de rotura)

Los resultados que obtenemos mediante este ensayo es la evolución de la deformación con el tiempo.

3.6. RESISTENCIA ELÉCTRICA.

Para obtener una respuesta acerca del comportamiento conductor o aislante del compuesto se lleva a cabo un ensayo de resistencia eléctrica. Este ensayo consiste en fijar la probeta a ensayar entre 2 electrodos que conducirán la electricidad mediante un circuito cerrado a partir de una fuente. La probeta actuará como una resistencia, y comprobaremos su valor medido en $M\Omega$ en el display de un comprobador de aislamiento marca SEW Standard ST-2550.

Se realizan mediciones en las probetas utilizadas en el ensayo de absorción de humedad, una vez este haya sido realizado, así como probetas acondicionadas que no hayan absorbido humedad. Ensayaremos cada una de los grados de refuerzo diseñados para las siguientes condiciones:

- 1. Probetas inmersas en agua a 50° C
- 2. Probetas inmersas en agua a 20° C.
- 3. Probetas almacenadas en un horno a 50 ° C

Las probetas que se encontraban sumergidas son convenientemente secadas para que el agua en superficie no pueda llegar a falsear las medidas. Se ensayan un total de 12 probetas.

Se establece una tensión de corriente de 1000 V y se utilizaran dos electrodos de superficie $50 \times 10 \text{ mm}^2$.

En las figuras *** se puede observar la colocación de los electrodos para proceder a la medida de la resistencia.



Figura 29. Sujeción de los electrodos mediante sargento y detalle de los mismos.



Figura 30. Comprobador de aislamiento empleado en la medida de las resistencias.

4. RESULTADOS Y ANÁLISIS

4.1. ABSORCIÓN DE AGUA

A continuación, en las figuras 31 a 34, se encuentran las curvas obtenidas en el ensayo de humedad. Se compara para cada uno de los grados de refuerzo el incremento porcentual de humedad alcanzado inmersas en agua a una temperatura ambiente de 20 ° C y en un baño a 50 ° C.

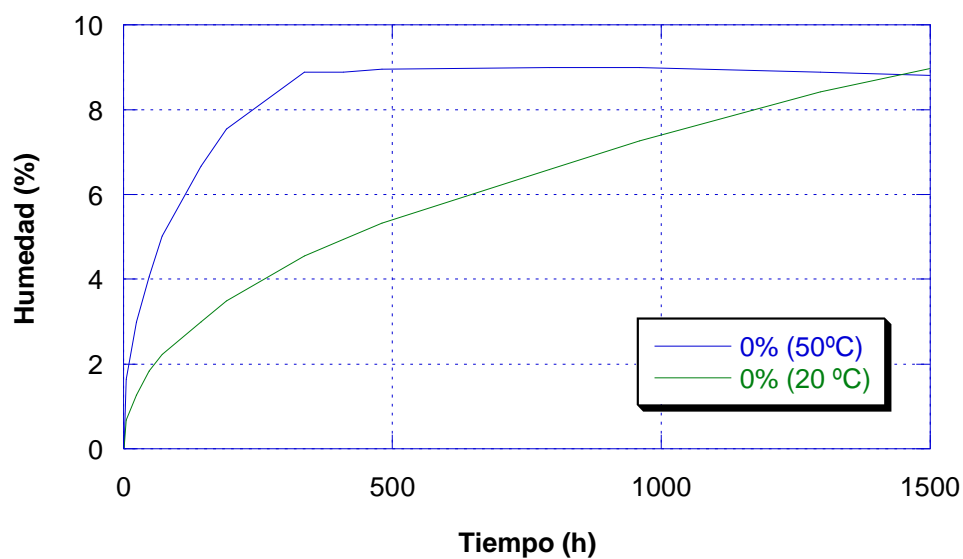


Figura 31. Humedad porcentual en la poliamida 6 pura.

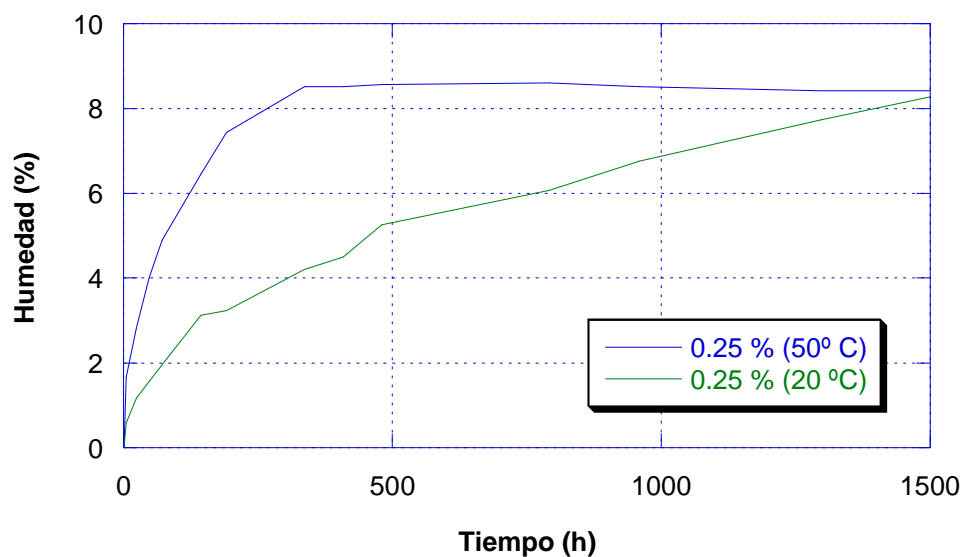


Figura 32. Humedad porcentual en la PA6 + 0,25% de óxido de grafeno.

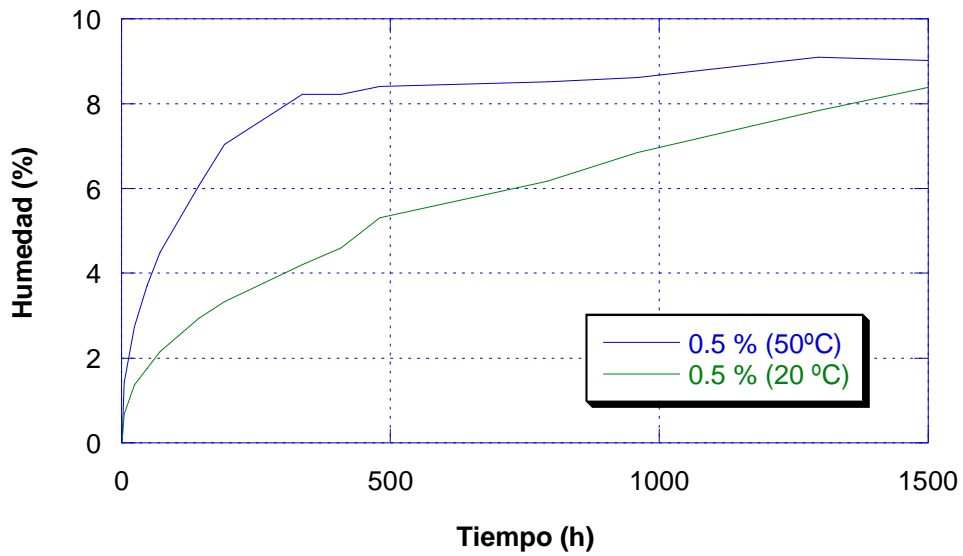


Figura 33. Humedad porcentual en la PA6 + 0,5% de óxido de grafeno.

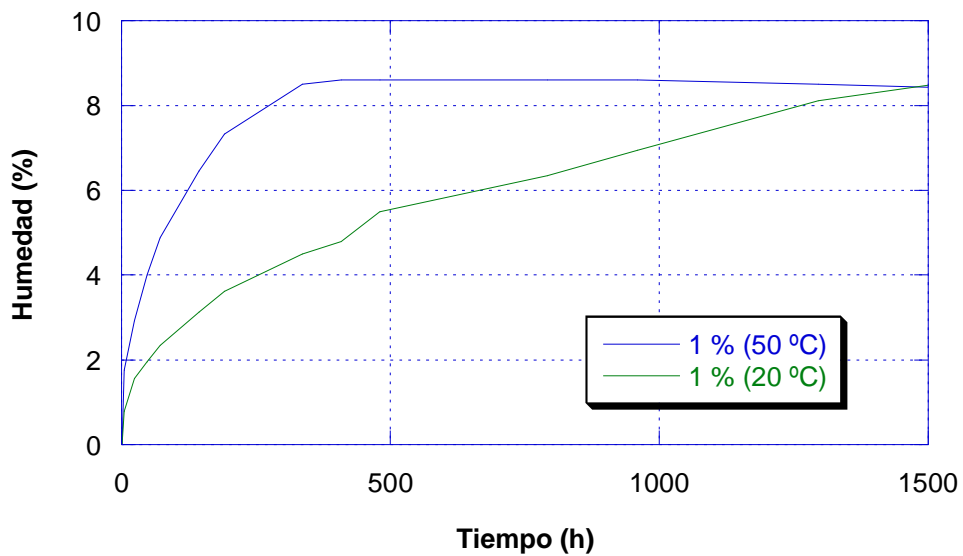


Figura 34. Humedad porcentual en la PA6 + 1% de óxido de grafeno.

Como se puede observar, la humedad de saturación se encuentra por encima del 8 %, que en el caso de las probetas inmersas en agua a 50 ° C tardan 14 días en alcanzar este valor mientras que las probetas que se encontraban en agua a 20 ° C tardaron 60 días.

En la siguiente tabla se detallan los valores registrados en las medidas.

Tabla 4.1. Mediciones tomadas de la masa de las probetas.

Tiempo (s)	Valores de la masa en gramos							
	PA0-1	PA0-2	PA025-1	PA025-2	PA05-1	PA05-2	PA1-1	PA1-2
0	10,35	10,33	10,22	10,21	10,22	10,21	10,23	10,28
6	10,52	10,40	10,39	10,28	10,57	10,28	10,41	10,31
24	10,66	10,46	10,51	10,34	10,50	10,35	10,53	10,39
48	10,77	10,52	10,63	10,38	10,60	10,39	10,64	10,43
72	10,87	10,56	10,72	10,42	10,68	10,43	10,73	10,47
144	11,04	10,64	10,88	10,54	10,84	10,51	10,89	10,55
192	11,13	10,69	10,98	10,55	10,94	10,55	10,98	10,60
336	11,27	10,80	11,09	10,65	11,06	10,64	11,10	10,69
408	11,27	10,84	11,09	10,68	11,06	10,68	11,11	10,72
480	11,21	10,88	11,06	10,72	11,00	10,72	11,08	10,76
792	11,28	11,01	11,10	10,84	11,09	10,84	11,11	10,88
960	11,28	11,08	11,09	10,91	11,05	10,91	11,11	10,94
1296	11,27	11,20	11,08	11,01	11,15	11,01	11,10	11,06
1512	11,18	11,26	10,93	11,06	10,87	11,07	10,93	11,10
1632	11,25	11,30	11,07	11,10	11,04	11,10	11,08	11,13

La humedad porcentual de cada probeta se obtiene mediante la expresión.

$$H = \frac{m_i - m_o}{m_o} * 100$$

Donde:

m_o : es el valor de la masa tomado en la primera medida una vez retirada de la estufa.

m_i : es el valor de la masa en las i sucesivas mediciones.

En la siguiente tabla se representan los valores obtenidos de humedad.

Tabla 4.2. Valores porcentuales de la humedad absorbida por las probetas.

Tiempo (s)	Valores de la humedad porcentual							
	PA0-1	PA0-2	PA025-1	PA025-2	PA05-1	PA05-2	PA1-1	PA1-2
0	0	0	0	0	0	0	0	0
6	1,6	0,6776	1,6634	0,5870	3,4246	0,6856	1,7595	0,7820
24	2,9	1,2584	2,8375	1,1741	2,7397	1,3712	2,9325	1,5640
48	4,0	1,8393	4,0117	1,5655	3,7181	1,7629	4,0078	1,9550
72	5,0241	2,2265	4,8923	1,9569	4,5010	2,1547	4,8875	2,3460
144	6,6666	3,0010	6,4579	3,1311	6,0665	2,9382	6,4516	3,1280
192	7,5362	3,4849	7,4363	3,2289	7,0450	3,3301	7,3313	3,6168
336	8,8889	4,5498	8,5127	4,2074	8,2191	4,2115	8,5043	4,4966
408	8,8889	4,9370	8,5127	4,5009	8,2191	4,6033	8,6021	4,7898
480	8,3091	5,3242	8,2191	4,8923	7,6320	4,9951	8,3088	5,1808
792	8,9855	6,5827	8,6105	6,0665	8,5127	6,1704	8,6021	6,3538
960	8,9855	7,2604	8,5127	6,7514	8,1213	6,8560	8,6021	6,9403
1296	8,8888	8,4220	8,4148	7,7299	9,0998	7,8354	8,5043	8,1133
1512	8,0193	9,0029	6,9471	8,2192	6,3600	8,4231	6,8426	8,5043
1632	8,6956	9,3901	8,3170	8,6105	8,0234	8,7169	8,3088	8,7976

En las gráficas 35 y 36 vemos la evolución de la humedad absorbida por las probetas de los 2 grupos de control.

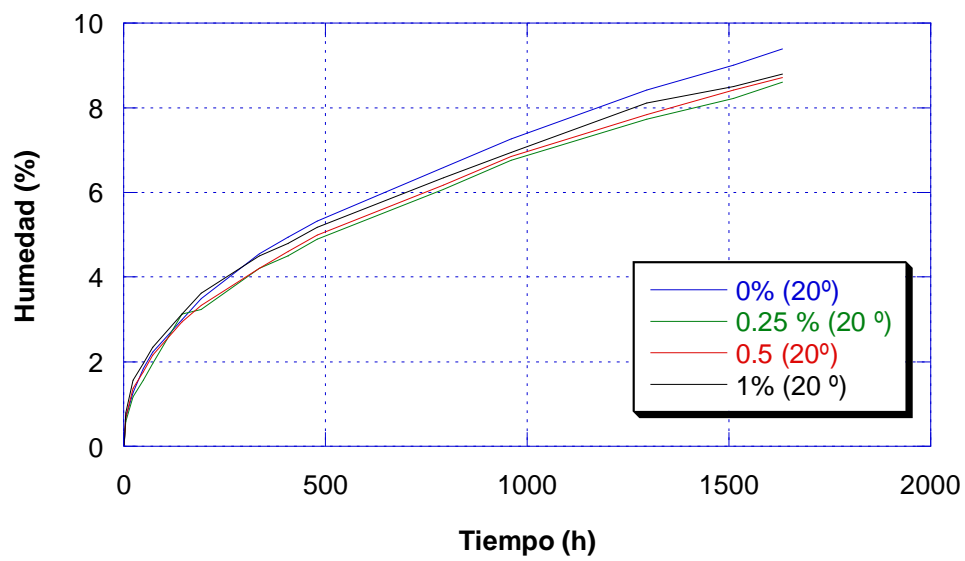


Figura 35. Representación de la absorción de humedad de las probetas medidas a temperatura ambiente.

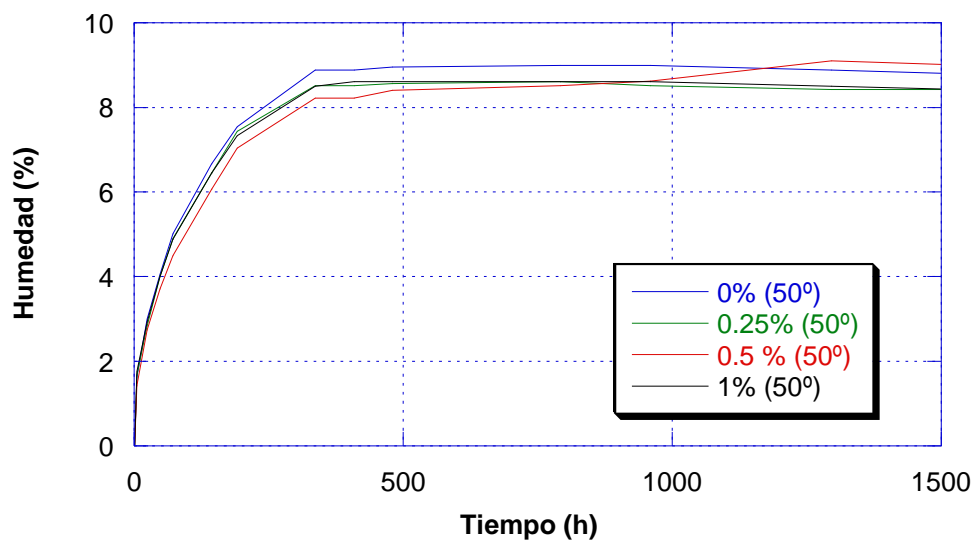


Figura 36. Representación de la absorción de humedad de las probetas a 50 ° C

4.2. ENSAYO DE TRACCIÓN.

La totalidad de las curvas obtenida en los ensayos de tracción se adjuntan en el anexo I del presente proyecto: **Gráficas de comportamiento del ensayo de tracción**

En las figuras 37 a 40 se muestran colocadas por tipo de refuerzo los 20 ensayos de tracción realizados.

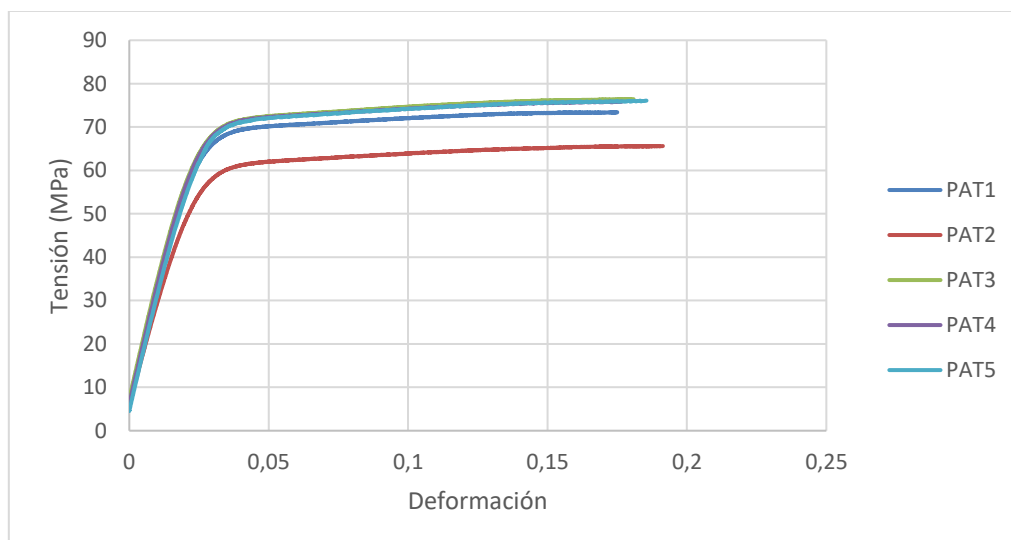


Figura 37. Ensayo de tracción de las probetas de PA sin refuerzo.

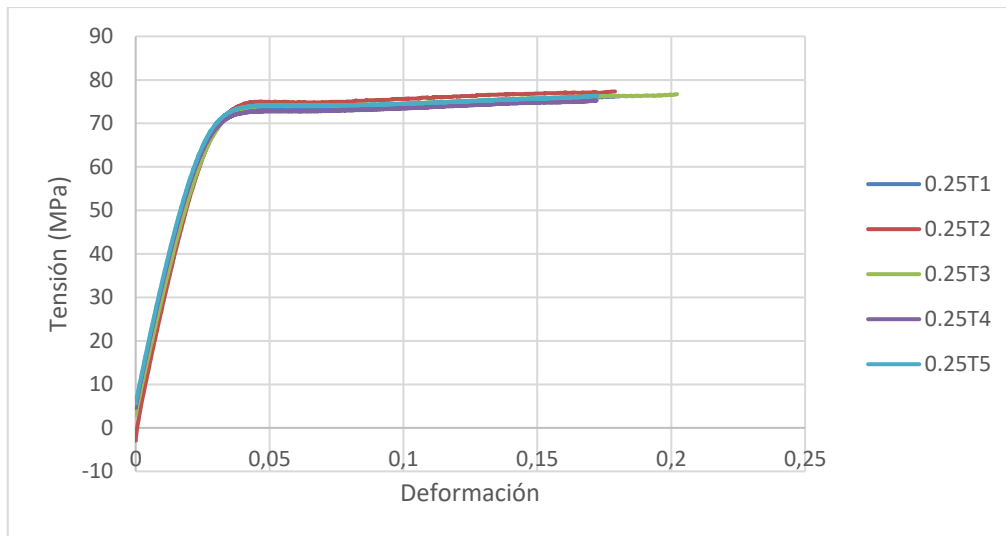


Figura 38. Ensayo de tracción de las probetas de PA con 0,25 % de óxido de grafeno.

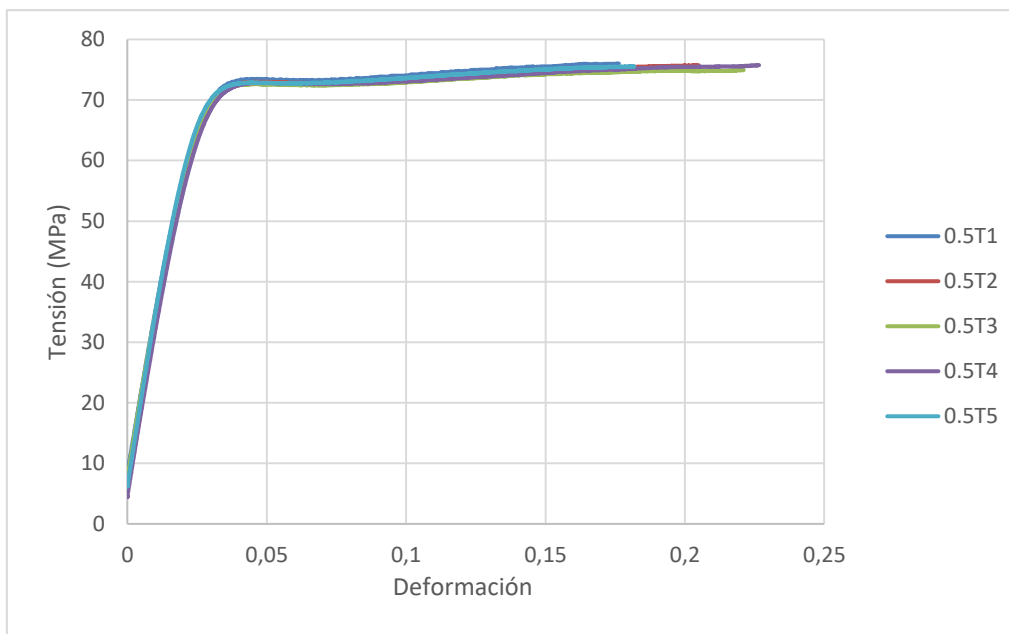


Figura 39. Ensayo de tracción de las probetas de PA con 0,5 % de óxido de grafeno.

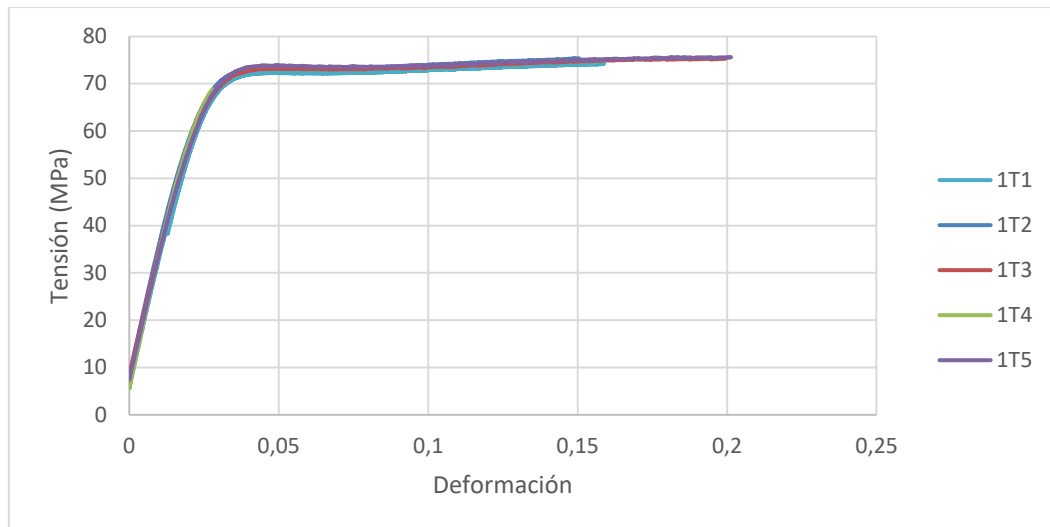


Figura 40. Ensayo de tracción de las probetas de PA con 1 % de óxido de grafeno.

En las tablas 4.3 a 4.6 se muestran los resultados obtenidos en los ensayos de tracción para los diferentes grados de refuerzo. Y en la tabla 4.7 a modo de resumen, se comparan las medidas de los diferentes parámetros para los diferentes grados de refuerzo.

Tabla 4.3. Resultados del ensayo de tracción para la PA sin refuerzo

	Probetas PA6 pura (0% Oxido de grafeno)				
Magnitud	1	2	4	4	5
σ_y (Mpa)	56,6	49,7	58,5	58,8	59,6
σ_R (Mpa)	73,4	65,6	76,4	75,9	76,1
E (GPa)	2,6	2,3	2,7	2,7	2,6
ϵ_{max} (%)	17,5	19,14	18,09	17,67	18,55

Tabla 4.4. Resultados del ensayo de tracción para la PA con 0,25 % de refuerzo

	Probetas PA6 pura + 0,25% Oxido de grafeno				
Magnitud	1	2	4	4	5
σ_y (Mpa)	61,8	67,7	62,7	61,5	61,6
σ_R (Mpa)	76,4	77,4	76,7	75,3	76,4
E (GPa)	2,6	2,6	2,6	2,7	2,7
ϵ_{max} (%)	18,09	17,9	20,22	17,22	17,24

Tabla 4.5. Resultados del ensayo de tracción para la PA con 0,5 % de refuerzo.

	Probetas PA6 pura + 0,5% Oxido de grafeno				
Magnitud	1	2	4	4	5
σ_y (Mpa)	60,7	60,5	60,4	60,9	60,8
σ_R (Mpa)	76,01	75,74	75,00	75,74	75,55
E (GPa)	2,6	2,7	2,6	2,6	2,8
ϵ_{max} (%)	17,63	20,49	22,11	22,66	18,18

Tabla 4.6. Resultados del ensayo de tracción para la PA con 1 % de refuerzo.

	Probetas PA6 pura + 1 % Oxido de grafeno				
Magnitud	1	2	4	4	5
σ_y (Mpa)	63,18	60,2	60,6	60,9	60,8
σ_R (Mpa)	74,55	75,4	75,3	68,9	75,6
E (GPa)	2,7	2,7	2,6	2,8	2,6
ϵ_{max} (%)	15,87	15,05	19,97	20,79	20,13

Tabla 4.7. Resumen de Resultados del ensayo de tracción para diferentes grados de refuerzo.

Contenido Grafeno (%)	σ_y (Mpa)	σ_R (Mpa)	ϵ_{max} (%)	E (GPa)
0	58,5	75,5	18,0	2,65
0,25	63,1	76,4	18,1	2,64
0,5	60,7	76,5	20,2	2,66
1	61,1	75,2	18,4	2,68

Como se puede observar, de los valores medios de los parámetros no se puede extraer ninguna conclusión, ya que no se aprecia ningún tipo de relación con el grado de refuerzo. Para tratar de analizar con mayor precisión los resultados se hizo un estudio estadístico más exhaustivo por medio de diagramas box-plot. Estos diagramas se muestran en las figuras 41 a 44.

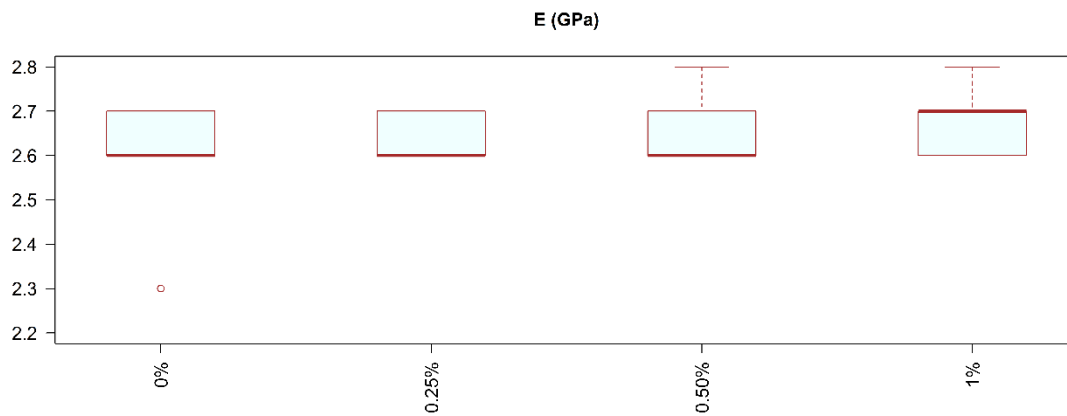


Figura 41. Estudio estadístico por box-plot para el módulo de elasticidad.

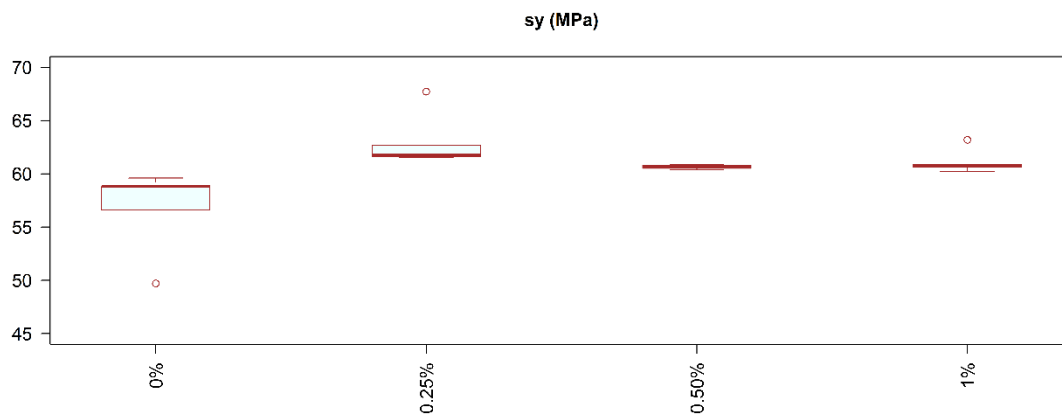


Figura 42. Estudio estadístico por box-plot para el límite elástico.

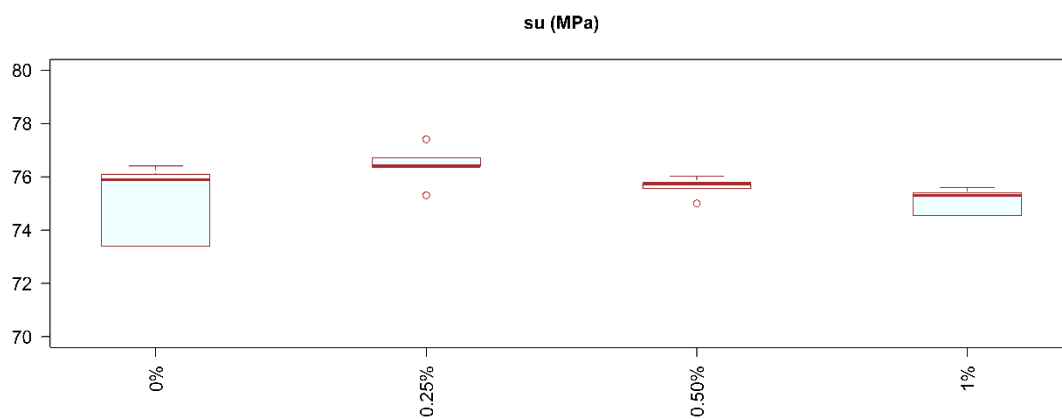


Figura 43. Estudio estadístico por box-plot para la tensión de rotura.

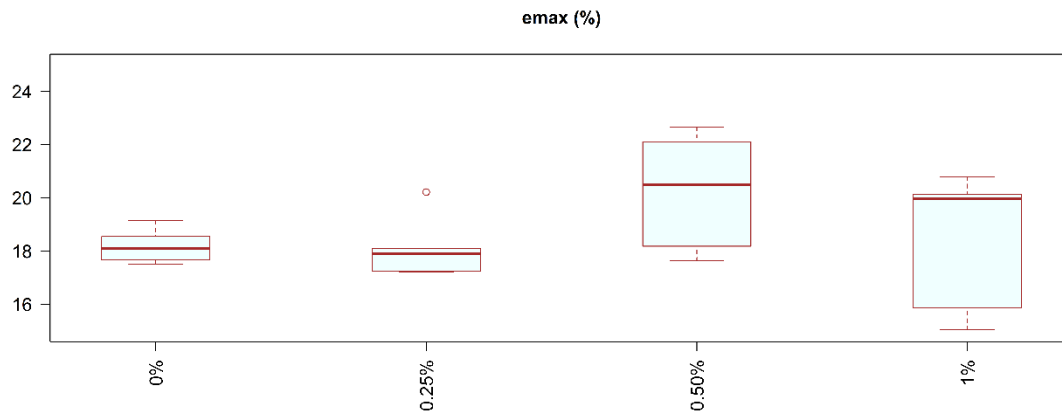


Figura 44. Estudio estadístico por box-plot para la deformación bajo carga máxima.

Los nuevos resultados confirman lo visto anteriormente. Se aprecia una ligera mejora tanto en resistencia como en tensión de rotura para pequeña carga de esfuerzo. En términos globales el grado de refuerzo no presenta ningún tipo de influencia, ni positiva ni negativa.

4.3. ENSAYO CHARPY INSTRUMENTADO

Durante la ejecución de los ensayos de impacto Charpy instrumentado se registraron los valores de fuerza, medida por la cuchilla instrumentada del péndulo, frente al tiempo. Este diagrama es el que se representa en la figura 45

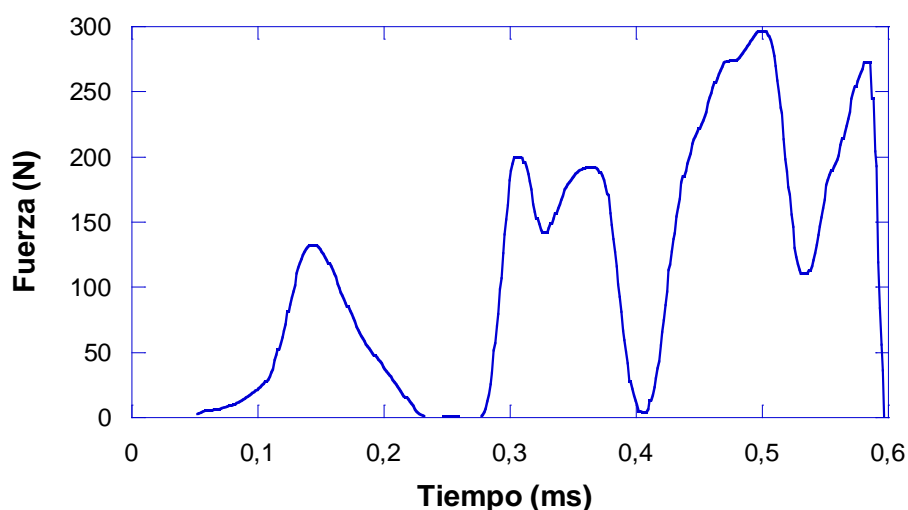


Figura 45. Diagrama tipo F-t registrado en un ensayo tipo para esta clase de materiales.

A partir de estos datos y siguiendo la metodología descrita en el apartado anterior se obtienen los gráficos de Fuerza-deformación y a partir de este, tras una integración, el diagrama Energía-tiempo. Estos dos diagramas se muestran en las figuras 46 y 47.

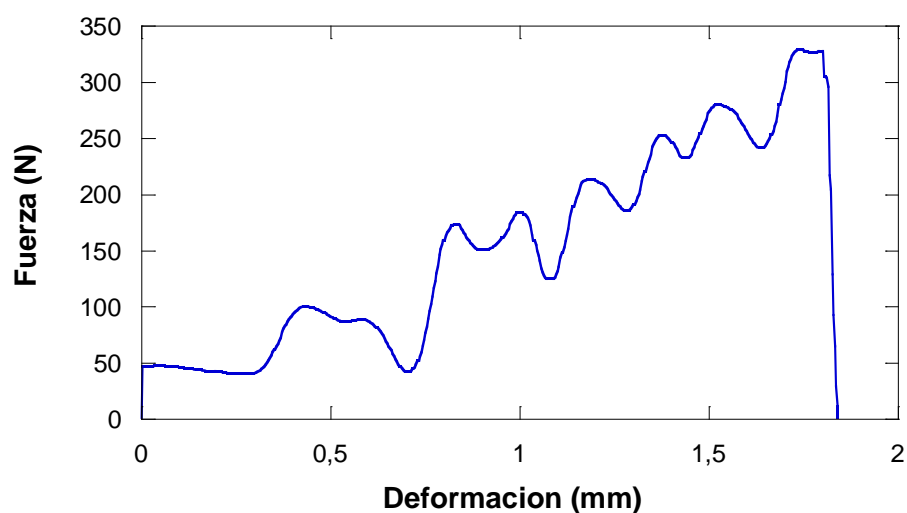


Figura 46. Diagrama tipo Fuerza-deformación registrado en un ensayo tipo.

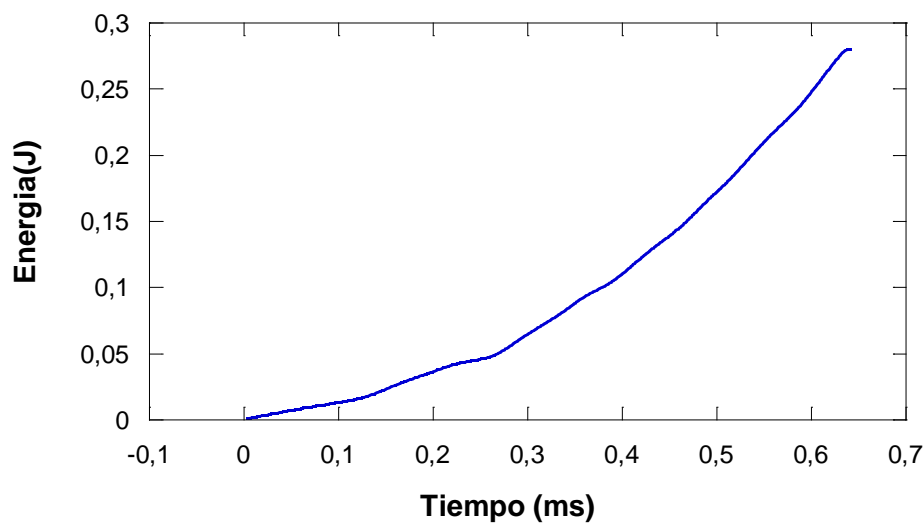


Figura 47. Diagrama tipo Energía-tiempo registrado en un ensayo tipo.

A partir de estos diagramas las variables que se analizarán serán:

- Fuerza máxima registrada
- Deformación máxima registrada
- Energía máxima registrada ó resiliencia máxima registrada

Los gráficos de todos los ensayos realizados se recogen en el anexo II del presente proyecto:

Gráficas de comportamiento del Ensayo Charpy Instrumentado

Mediante estos gráficos se determinaron todos los parámetros para cada uno de los refuerzos.

En las tablas 4.8 a 4.11 se muestran los resultados obtenidos en los ensayos de impacto Charpy para los diferentes grados de refuerzo. Y en la tabla 4.12, a modo de resumen, se comparan las medidas de los diferentes parámetros para los diferentes grados de refuerzo.

Tabla 4.8. Resultados del ensayo Charpy Instrumentado para la PA sin refuerzo

Probeta (PAI)	Fmax [N]	Def_max [mm]	E _{max} [J]	Resiliencia _{max} [J/cm ²]
1	328	1,845	0,27937	0,873
2	301,2	2,1419	0,24202	0,756
3	261,38	1,7973	0,18939	0,592
4	282,56	1,789	0,20391	0,637
5	345,36	2,1411	0,30611	0,957
6	317,66	2,1311	0,30429	0,951
7	392,83	2,1116	0,3172	0,991

Tabla 4.9. Resultados del ensayo Charpy Instrumentado para la PA con 0,25 % de refuerzo

Probeta (025I)	Fmax [N]	Def_max [mm]	E _{max} [J]	Resiliencia _{max} [J/cm ²]
1	260,36	1,2883	0,11976	0,374
2	386,58	2,0325	0,22058	0,689
3	192,33	1,3367	0,095706	0,299
4	355,95	1,5104	0,14162	0,443
5	317,53	1,6604	0,18254	0,570
6	191,69	1,2679	0,093811	0,293
7	294,31	1,7996	0,20463	0,639

Tabla 4.10. Resultados del ensayo Charpy Instrumentado para la PA con 0,5 % de refuerzo

Probeta (05I)	Fmax [N]	Def_max [mm]	E _{max} [J]	Resiliencia _{max} [J/cm ²]
1	296,22	1,5705	1,18321	0,573
2	289,33	1,2564	0,11206	0,350
3	363,99	1,5815	0,17419	0,544
4	273,5	1,5385	0,16344	0,511
5	338,97	1,6169	0,19451	0,608
6	293,16	1,3923	0,13772	0,430
7	340,38	1,6639	0,18602	0,581

Tabla 4.11. Resultados del ensayo Charpy Instrumentado para la PA con 1 % de refuerzo.

Probeta (1I)	Fmax [N]	Def_max [mm]	E _{max} [J]	Resiliencia _{max} [J/cm ²]
1	355,58	1,2308	0,12174	0,380
2	363,99	1,5342	0,17815	0,557
3	310,39	1,5744	0,16922	0,529
4	375,09	1,7289	0,17671	0,552
5	279,76	1,0939	0,092313	0,288
6	376,11	1,4545	0,17578	0,549
7	252,44	1,2241	0,099895	0,312

Tabla 4.12. Resumen de Resultados medios del ensayo Charpy Instrumentado para los diferentes grados de refuerzo

Contenido de refuerzo	Fmax [N]	Def_max [mm]	Emax [J]	Resilienciamax [J/cm2]
0 %	318,4	1,993	0,263	0,822
0,25 %	285,5	1,556	0,151	0,472
0,5 %	313,6	1,516	0,164	0,514
1 %	330,41	1,405	0,144	0,452

Como se puede observar, de los valores medios de los parámetros para la fuerza no se observa una tendencia clara, mientras que para el resto de parámetros se aprecia una ligera caída en los valores a medida que se incrementa el valor del refuerzo.

Para tratar de analizar con mayor precisión los resultados se hizo un estudio estadístico más exhaustivo por medio de diagramas box-plot. Estos diagramas se muestran en las figuras 48 a 50. No se analiza la resiliencia, ya que es similar al valor de energía (ambas variables están relacionadas por una constante que es el área neta de la probeta)

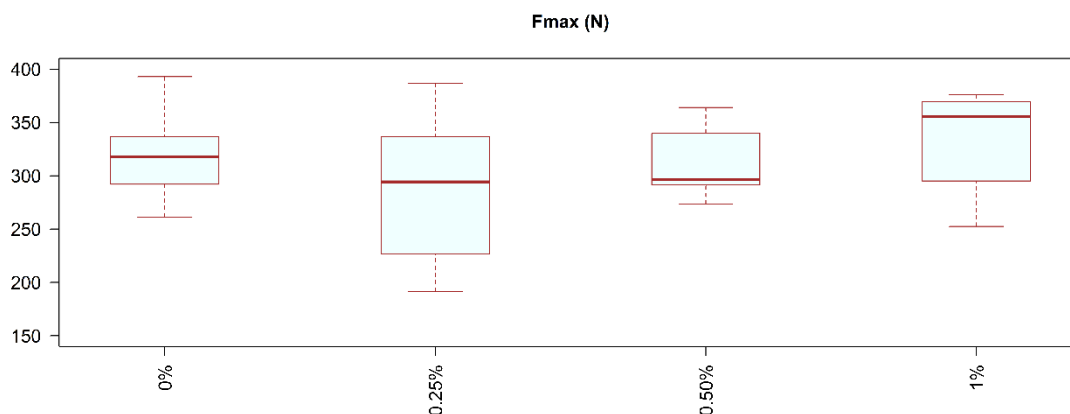


Figura 48. Estudio estadístico por box-plot para la fuerza máxima.

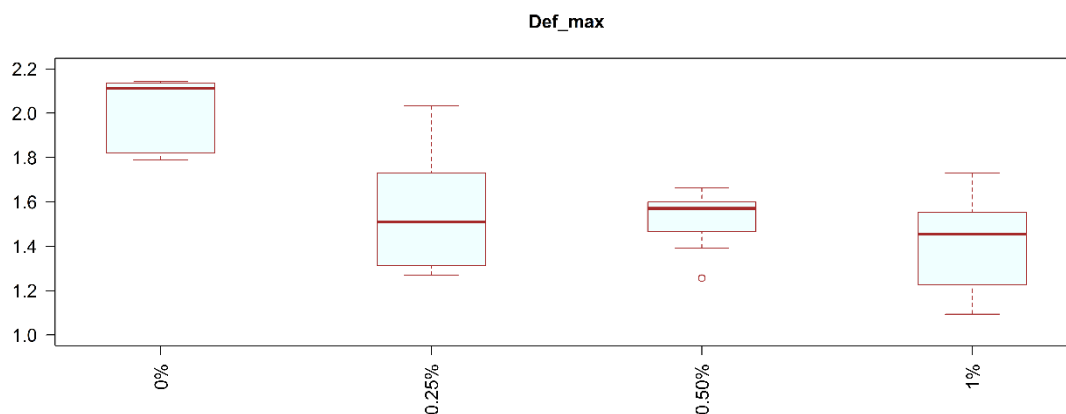


Figura 49. Estudio estadístico por box-plot para la deformación máxima.

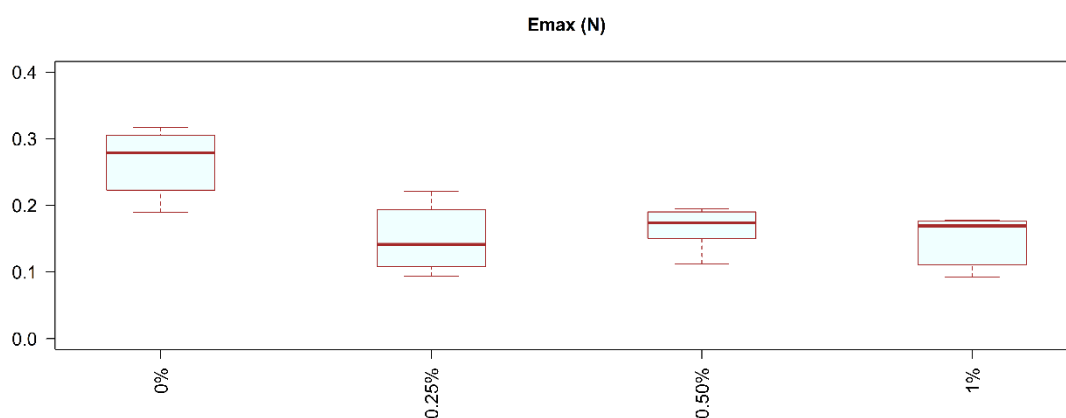


Figura 50. Estudio estadístico por box-plot para la Energía consumida en rotura.

A diferencia de lo que se ha podido observar en tracción, en impacto si se aprecia una clara disminución de la capacidad de deformación de la probeta a medida que se incrementa la cantidad de óxido de grafeno y de la energía consumida en rotura, o lo que es lo mismo, el material se está fragilizando al incrementar el contenido de nanorefuerzo. Es decir, que para deformaciones a alta velocidad, la adición de óxido de grafeno en la Poliamida actúa más como un defecto que como un refuerzo.

4.4. ENSAYO ACELERADO DE FATIGA.

A continuación, se representan en las figuras 51 a 54 los resultados obtenidos en el ensayo acelerado de fatiga. A la hora de analizar los resultados se aplica el criterio de tomar 2 escalones anteriores al punto de rotura.

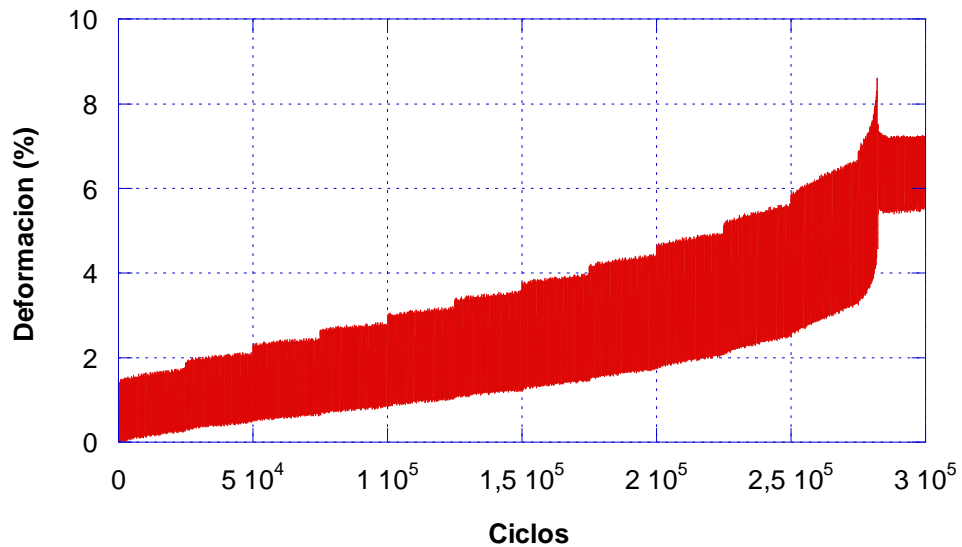


Figura 51. Resultado del ensayo LOCATI para poliamida 6 pura.

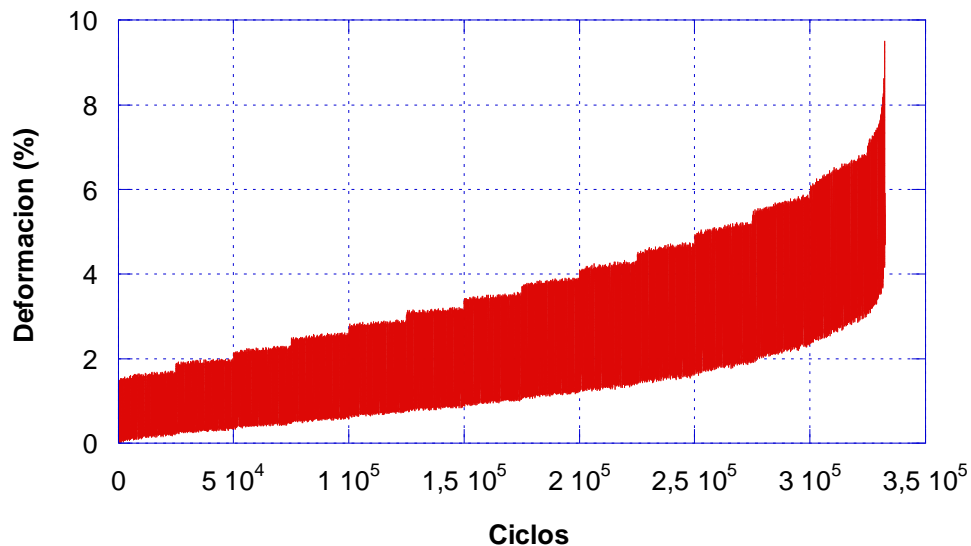


Figura 52. Resultado del ensayo LOCATI para PA6 + 0,25% de óxido de grafeno.

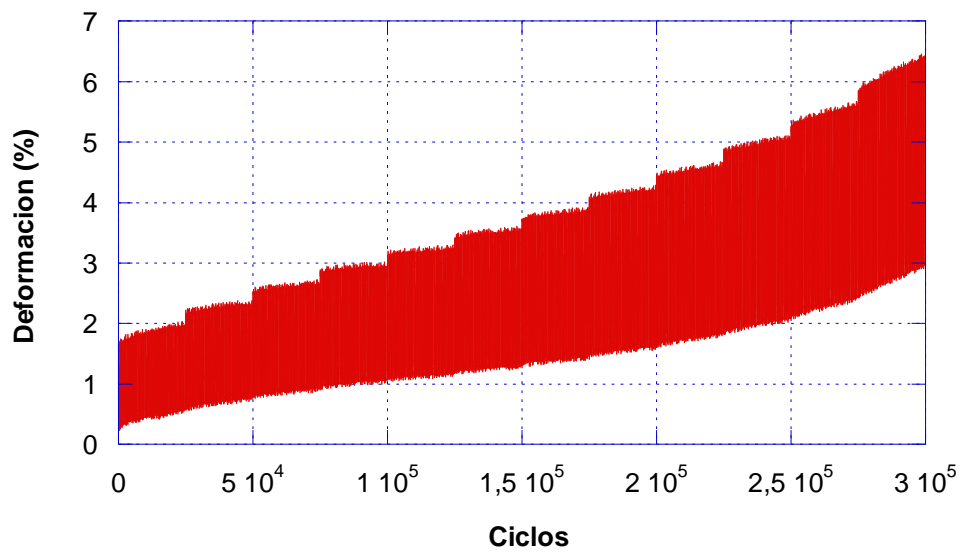


Figura 53. Resultado ensayo LOCATI para PA6 + 0,5% de óxido de grafeno.

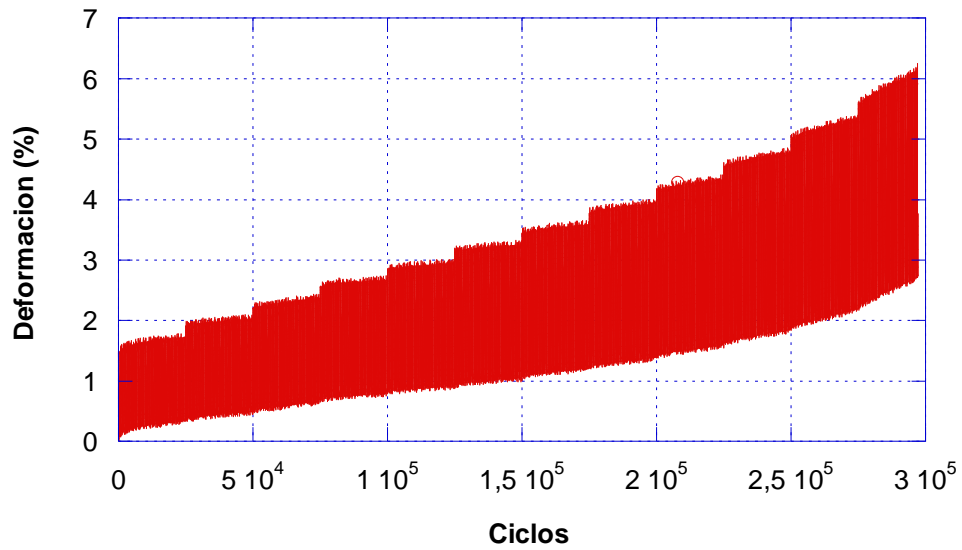


Figura 54. Resultado ensayo LOCATI para PA6 + 1 % de óxido de grafeno.

En la siguiente tabla se muestran los resultados de la fuerza frente a la fatiga.

Tabla 4.13. Valores obtenidos en el ensayo de fatiga acelerada.

Grado de refuerzo	Escalón de fallo	Min-Max	ΔF	Δ
PA6	9	130-1300	1530 N	38,25 MPa
PA6 + 0,25 %	11	140-1400	1710 N	42,75 MPa
PA6 + 0,5%	10	130-1300	1620 N	40,50 MPa
PA6+ 1%	10	130-1300	1620 N	40,50 MPa

A penas se producen variaciones al añadir refuerzo, por la tanto no se observa influencia en la resistencia a fatiga.

4.5. ENSAYO DE FLUENCIA

En las figuras 55 a 64 se representan los resultados en los ensayos de fluencia realizados a 24 h.

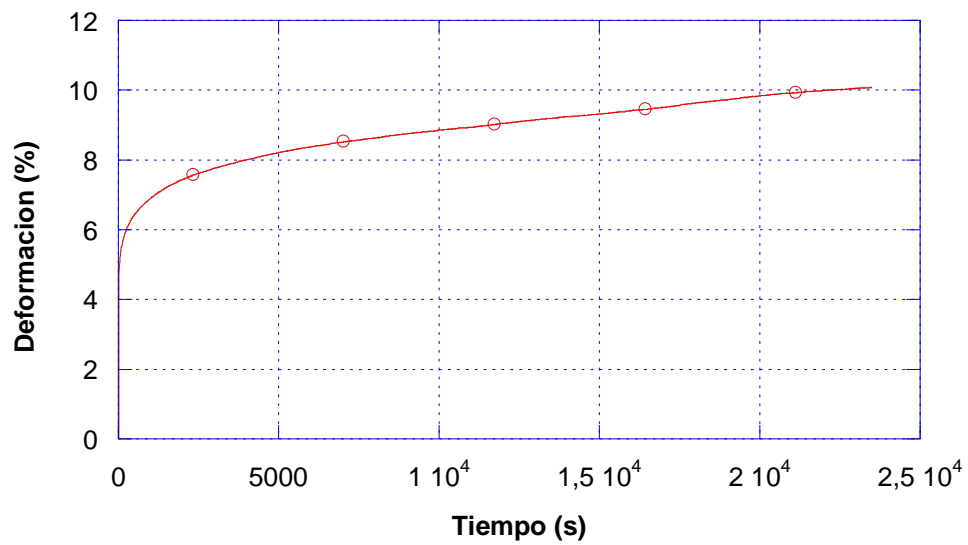


Figura 55. Resultados ensayo de fluencia para poliamida 6 pura.

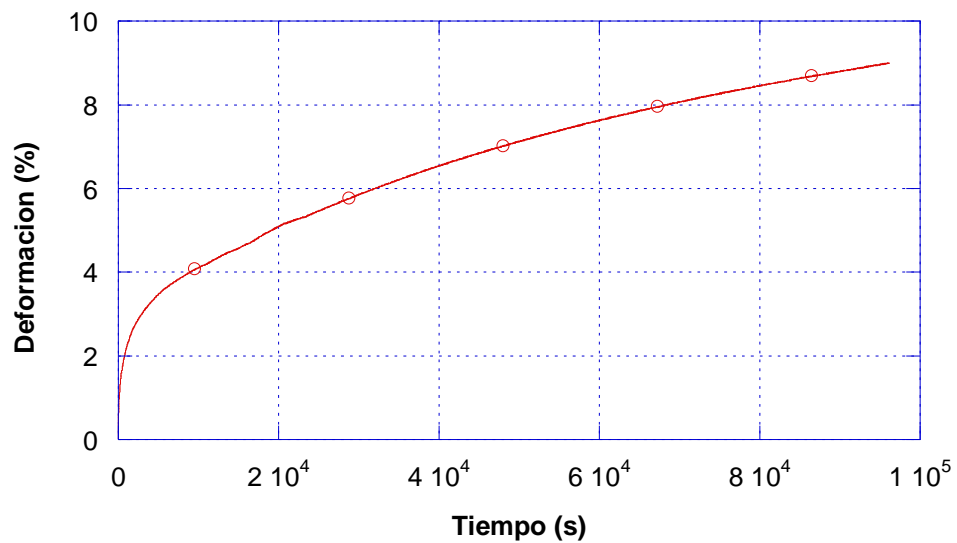


Figura 56. Resultado ensayo de fluencia eliminando la deformación instantánea de la poliamida 6 pura.

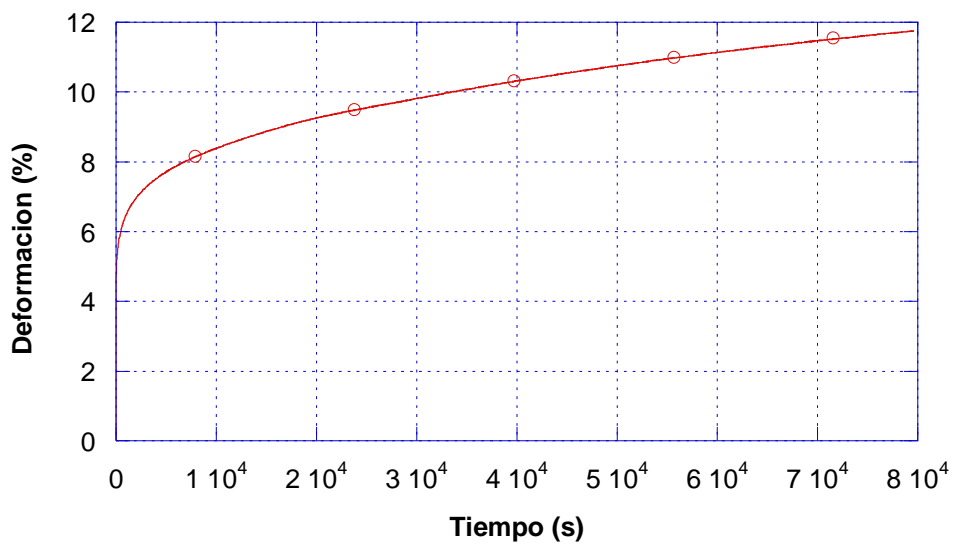


Figura 57. Resultado del ensayo de fluencia para poliamida 6 + 0,25 % de óxido de grafeno.

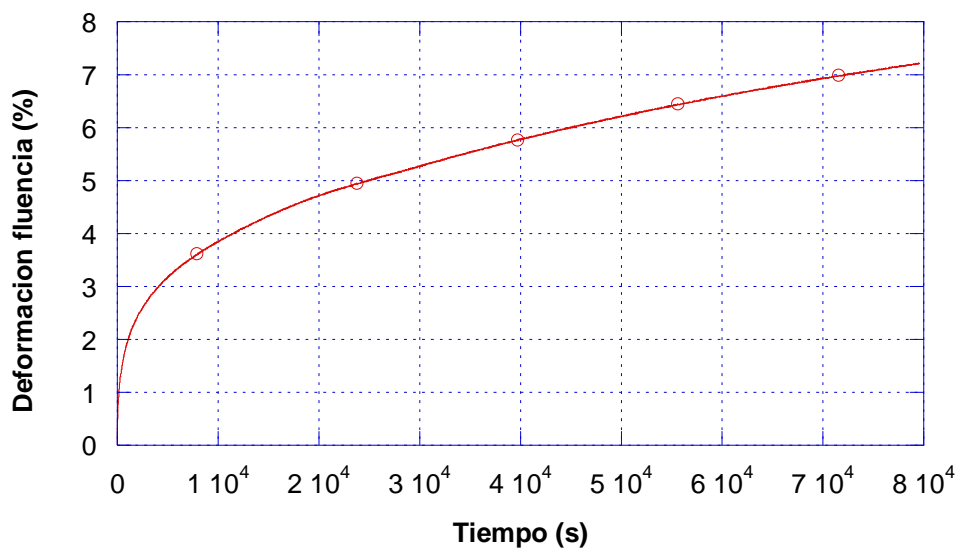


Figura 58. Resultados ensayo de fluencia eliminando la deformación instantánea para PA6 + 0,25% óxido de grafeno.

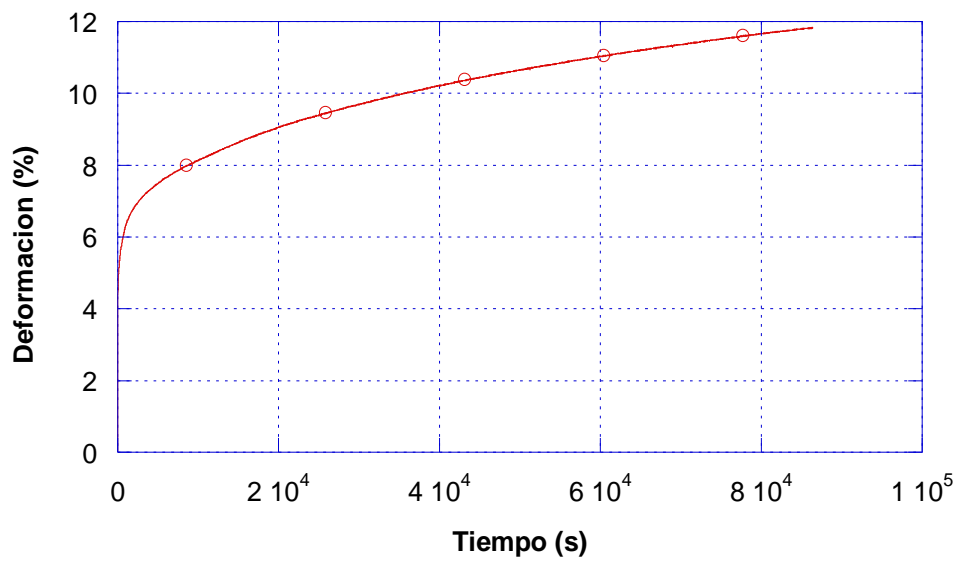


Figura 59. Resultados del ensayo de fluencia para PA6 + 0,5 % de óxido de grafeno.

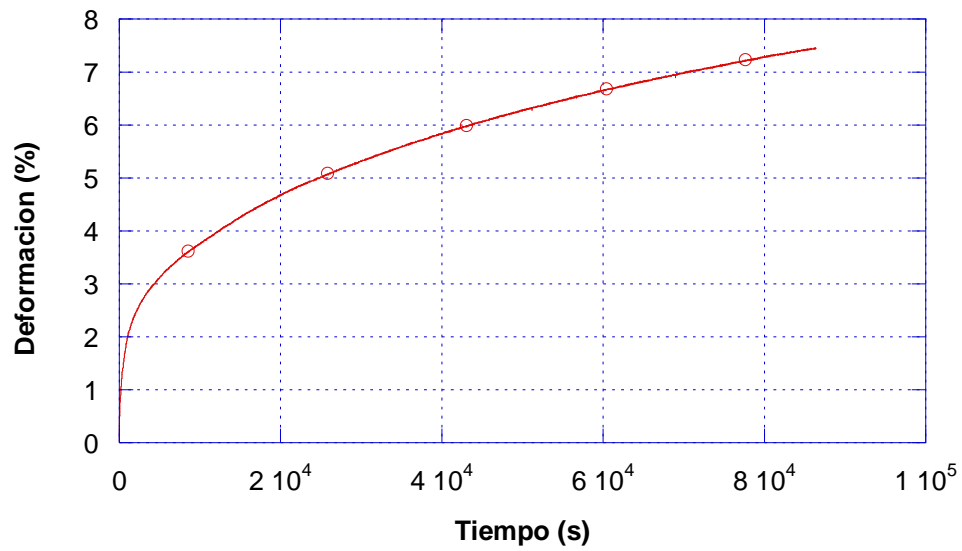


Figura 60. Resultados ensayo de fluencia eliminando la deformación instantánea para PA6 + 0,5% oxido de grafeno.

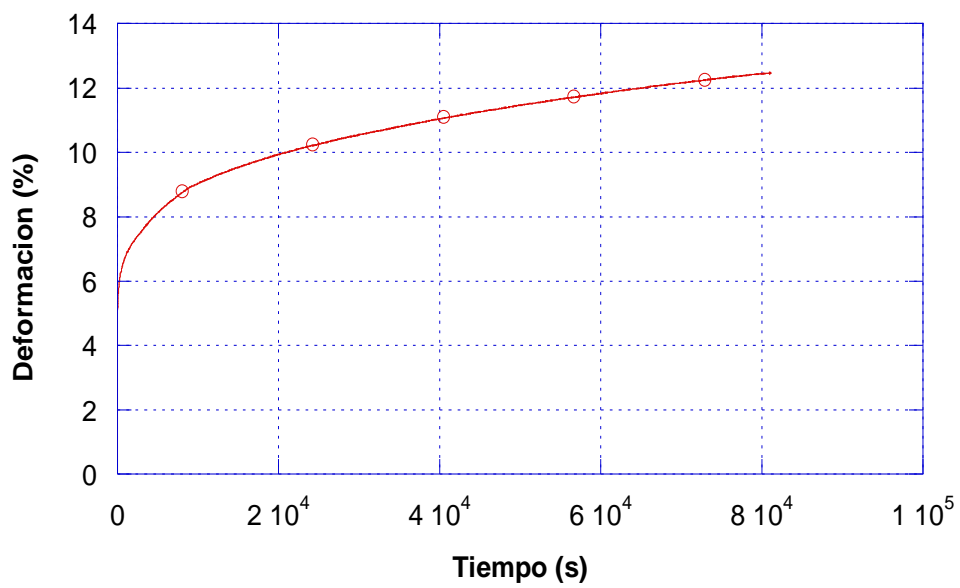


Figura 61. Resultados del ensayo de fluencia para PA6 + 1 % de óxido de grafeno.

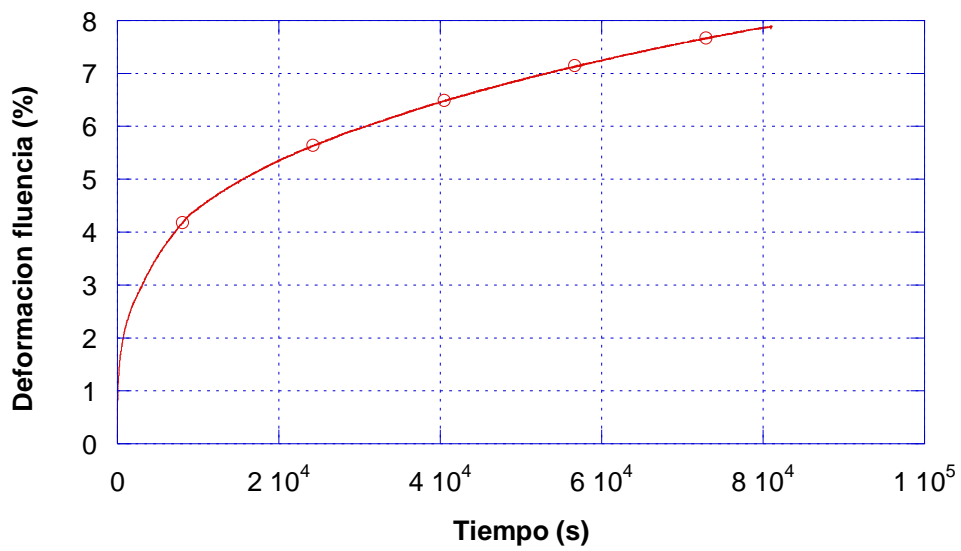


Figura 62. Resultados ensayo de fluencia para eliminando la deformación instantánea para PA6 + 1% oxido de grafeno.

Una vez finalizado el ensayo comparamos los resultados de cada uno de los grados de refuerzo en la siguiente gráfica.

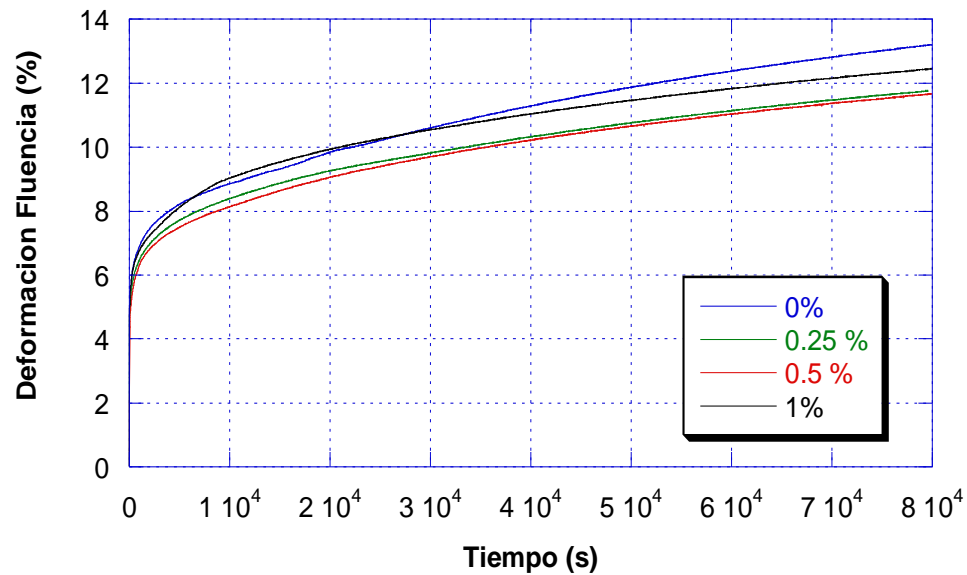


Figura 63. Comparativa de los resultados en el ensayo de fluencia para todas las condiciones de refuerzo.

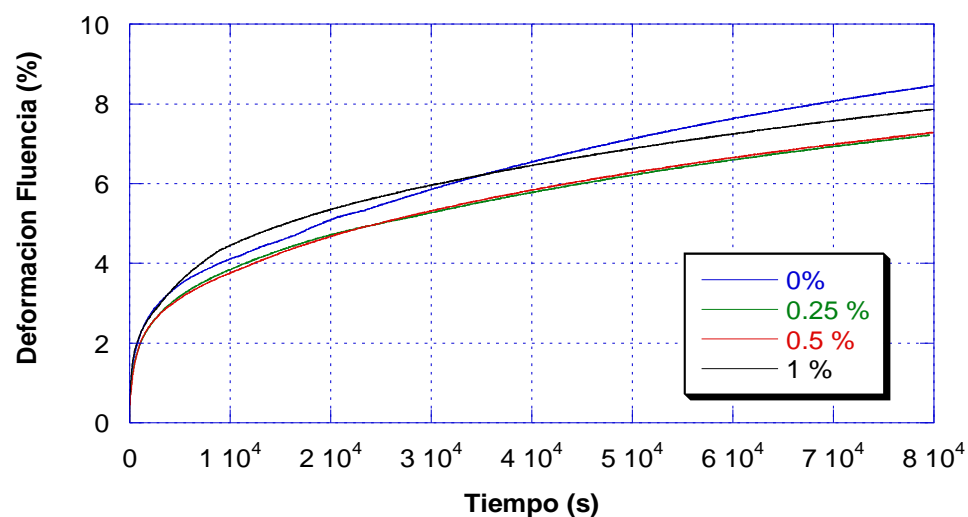


Figura 64. Comparativa de los resultados en el ensayo de fluencia para todas las condiciones de refuerzo eliminando la deformación instantánea.

Tabla 4.14. Valores registrados de deformación.

Grado de refuerzo	Deformación total (24h)	Deformación fluencia (24h)
PA6 Pura	10,08 %	8,98 %
PA6 + 0,25 % GO	11,74 %	7,23 %
PA6 + 0,5 % GO	11,74 %	7,45 %
PA6 +1 % GO	12,51 %	7, 87 %

Como se puede apreciar en la tabla porcentajes de deformación apenas varían entre las distintas condiciones de refuerzo, por lo que su incorporación no muestra ninguna diferencia.

4.6. RESISTENCIA ELÉCTRICA.

Recordando que disponemos de probetas con distintos grados de humedad, ensayamos las siguientes condiciones.

- 1. Probetas inmersas en agua a 50° C
- 2. Probetas inmersas en agua a 20° C.
- 3. Probetas almacenadas en un horno a 50 ° C

Se lleva a cabo la medida y registro de la resistencia eléctrica de cada una de las probetas, obteniendo los siguientes valores.

Tabla 4.15. Valores medidos de resistencia eléctrica.

Grado de refuerzo	Condición 1	Condición 2	Condición 3
PA6 Pura	60 MΩ	75 MΩ	>1000 MΩ
PA6 + 0,25 % GO	80 MΩ	93,5 MΩ	>1000 MΩ
PA6 + 0,5 % GO	156 MΩ	155 MΩ	>1000 MΩ
PA6 +1 % GO	184,8 MΩ	180,5 MΩ	>1000 MΩ

5. PRESUPUESTO

5.1. PRECIOS UNITARIOS.

MATERIA PRIMA	Designación	Precio unitario.(en euros)
	Poliamida 6 (PA6)	4,6/kg
	Oxido de grafeno (GO)	40/kg
CARACTERIZACIÓN MECÁNICA	Ensayo de tracción	100 €
	Ensayo Charpy	30 €
	Ensayo de fluencia.	500 €
	Ensayo de fatiga.	1000 €
	Ensayo de resistencia eléctrica.	30 €
	Ensayo absorción de humedad	200

5.2. PRESUPUESTOS PARCIALES.

MATERIA PRIMA	Designación	Num.unidades	Precio unitario.	Importe (euros)
	Poliamida 6 (PA6)	25 kg	4,6/kg	115 €
	Oxido de grafeno (GO)	25 kg	40/kg	1000 €
	TOTAL MATERIA PRIMA = 1115 €			
CARACTERIZACIÓN MECÁNICA	Ensayo de tracción	20 probetas	100 €/ probeta	2000 €
	Ensayo Charpy	28 probetas	30 €/ probeta	840 €
	Ensayo de fluencia.	4 probetas	500 €/ probeta	2000 €
	Ensayo de fatiga.	4 probetas	1000 €/ probeta	4000 €
	Ensayo de resistencia eléctrica.	8 probetas	30 €/ probeta	240 €
	Ensayo absorción de humedad	8 probetas	200 €/ probeta	1600 €
	TOTAL CARACTERIZACIÓN = 8640 €			

5.3. PRESUPUESTO GENERAL.

PRESUPUESTO DE EJECUCION MATERIAL

1. MATERIA PRIMA.....	1115,00 €
2. CARACTERIZACION MECÁNICA.....	8640 ,00 €
	<hr/>
TOTAL PRESUPUESTO DE EJECUCION MATERIAL.....	9755,00 €

PRESUPUESTO DE EJECUCION POR CONTRATA

PRESUPUESTO DE EJECUCION MATERIAL.....	9755,00 €
GASTOS GENERALES (5 %)......	487,75 €
	<hr/>
TOTAL PARCIAL.....	10242,75 €
IVA (21 %).....	2150,98 €
	<hr/>
TOTAL PRESUPUESTO DE EJECUCION POR CONTRATA....	12393,73 €

6. CONCLUSIONES

Las principales conclusiones que se pueden extraer de este trabajo son:

- La fabricación de las probetas mezclando la PA pura con PA + 1% de OG en diferentes proporciones no ha dado ningún problema. La mezcla ha sido uniforme en la mayoría de los casos a tenor de los resultados obtenidos en los ensayos mecánicos. Los parámetros elegidos de inyección han sido adecuados ya que no se han apreciado defectos, tipo poro, en las secciones de rotura.
- Para ensayos a muy baja velocidad de deformación, es decir ensayos fluencia, apenas hay influencia del contenido de grafeno en la deformabilidad del material.
- Los resultados obtenidos en los ensayos estáticos de tracción no han revelado ningún cambio en las propiedades mecánicas, salvo un ligero incremento de las resistencias para contenidos bajos de OG (0,25 %). Por lo que se puede concluir que a bajas velocidades de deformación el óxido de grafeno no parece tener influencia en el comportamiento mecánico.
- Al aumentar un poco la velocidad de deformación, como es el caso de los ensayos de fatiga, tampoco se aprecia una influencia del contenido del nanorefuerzo en la resistencia a fatiga.
- Sin embargo, para ensayos de velocidad de deformación elevada, si bien la fuerza máxima medida en el ensayo Charpy instrumentado no parece verse afectada, la deformabilidad del material sí. El material se vuelve menos deformable con el aumento del refuerzo y en el mismo sentido desciende la energía de rotura del material. Es decir que al aumentar el refuerzo de óxido de grafeno, el material se vuelve un poco más frágil.
- El aumento de la temperatura acelera la capacidad de absorber agua aunque el incremento del óxido de grafeno no ha repercutido de manera sustancial la capacidad de absorción, apreciándose solo una ligera tendencia a retrasar la absorción de humedad con contenidos bajos de GO.
- Se podría decir que la resistencia eléctrica disminuye considerablemente al aumentar el contenido de humedad, aunque al aumentar las cantidades de óxido de grafeno se produce un ligero incremento de la resistencia eléctrica.
- Por tanto, y como conclusión final del proyecto, no parece muy adecuado el empleo de OG para el refuerzo de la matriz de PA6 desde el punto de vista mecánico ya que no aporta mejoras, pero puede empeorar el comportamiento frente a impactos, siendo además su coste muy elevado.

7. TRABAJO FUTURO

- Medición de la disipación del calor y de dilatación térmica de los distintos compuestos de poliamida 6 con diferentes cargas de óxido de grafeno.
- A tenor de los resultados obtenidos, se hace necesario realizar otro estudio en que se analice la incorporación de un refuerzo de fibra corta de vidrio a la mezcla de matriz de poliamida 6 con óxido de grafeno.

8. BIBLIOGRAFÍA

- [1].Historia del Nylon (2/5/2008). Recuperado de <http://the-nylon.blogspot.com/2008/05/historia-del-nylon.html>
- [2]. Hao Tan, Soo Young Park. Crystal structure evolution of nylon 6/GOgraftnanocomposites during heat treatments and cold drawing (2015)
- [3].Renê Anisio da Paz¹, Amanda Melissa Damião Leite¹. Mechanical and thermomechanical properties of polyamide 6/Brazilian organoclay nanocomposites (2016).
- [4].Francisco Tomás Ibáñez Gutiérrez. Análisis del proceso de fractura en Poliamida 6 reforzada con fibra de vidrio corta en condiciones entalladas: aspectos microestructurales y determinación de cargas de rotura mediante métodos tensionales y energéticos.
- [5].Profesor Francisco A. Herrera Castañeda, Ciencia de los Polímeros. Cristalinidad en los polímeros. Recuperado de http://educommons.anahuac.mx:8080/eduCommons/ciencia-de-los-materiales-y-metalurgia/ciencia-de-los-polimeros/TEMA03_Cristalinidad%20en%20los%20polimeros.pdf
- [6].JAMES F.SHACKELFORD. Introducción a la ciencia de materiales para ingenieros.
- [7].ENGINEERED MATERIALS HANDBOOK VOL2. Engineering Plastics
- [8].José Ramón Lerma (15/05/2017), El agua y los plásticos, difícil amistad. Recuperado de <http://www.interempresas.net/Plastico/Articulos/186137-El-agua-y-los-plasticos-dificil-amistad.html>
- [9].Todo en Polímeros (29/05/2017), Hidrolisis. Recuperado de <https://todoenpolimeros.com/2017/05/29/hidrolisis/>
- [10].Holderich; Wolfgang F. (03/2003), Planta de producción de e-caprolactama. Recuperado de http://www.ugr.es/~iquimica/PROYECTO_FIN_DE_CARRERA/lista_proyectos/p072.htm
- [11].Poliamida (31/03/2013). Recuperado de <http://poliamidas.blogspot.com/2013/03/obtencion.html>
- [12].Figura2. Recuperado de <https://www.resinex.es/tipos-de-polimeros/pa.html>
- [13].Plásticos para aplicaciones con rozamiento, desgaste y cojinetes. Ensinger. Recuperado de <https://www.ensingerplastics.com/es-es/semielaborados/seleccion-de-materiales-plasticos/desgaste-por-rozamiento>

- [14].PA6. Recuperado de <https://www.mexpolimeros.com/pa6.html>
- [15]. T.D. Fornes, D.R. Paul. Crystallization behavior of nylon 6 nanocomposites
- [16].Francisco Aguirre Yagüe. Síntesis y caracterización de capas conductoras de Oxido de grafeno (GO): propiedades vibracionales bajo condiciones extremas de presión y temperatura.
- [17].Figura 3.Yanwu Zhu , Shanthi Murali , Weiwei Cai , Xuesong Li , Ji Won Suk , Jeffrey R. Potts, Graphene and Graphene Oxide: Synthesis, Properties, and Applications (2010).
Recuperado de https://www.academia.edu/6067971/Graphene_and_Graphene_Oxide_Synthesis_Properties_and_Applications
- [18].Rosa Menéndez y Clara Blanco. El grafeno.
- [19].RJ Crawford. Plastics Engineering.
- [20] Moldeo por Inyección de Nylon 6 – Procesamiento (6/2/2012). Recuperado de <https://plaen.blogspot.com/2012/02/moldeo-por-inyeccion-de-nylon-6.html>
- [21].Puertolas Rafales, Jose Antonio. Tecnología de los materiales en ingeniería.
- [22]. Moldeo por Inyección de Nylon 6 – Procesamiento (6/2/2012). Recuperado de <https://plaen.blogspot.com/2012/02/moldeo-por-inyeccion-de-nylon-6.html>
- [23].Plásticos. Determinación de las propiedades frente al impacto Charpy, Une-EN ISO 179-2
- [24]J.A. Sainz-Aja*, I.A. Carrascal, J.A. Polanco, I. Sosa, C. Thomas. Análisis del comportamiento a fatiga de morteros con árido reciclado procedentes de vía mediante tomografía axial computarizada.

9. ANEXO I: GRÁFICAS DE COMPORTAMIENTO DEL ENSAYO DE TRACCIÓN.

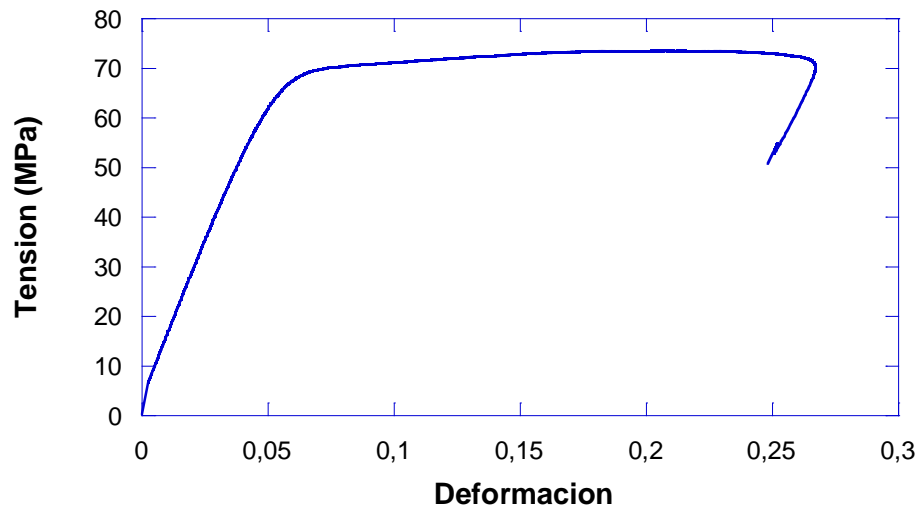
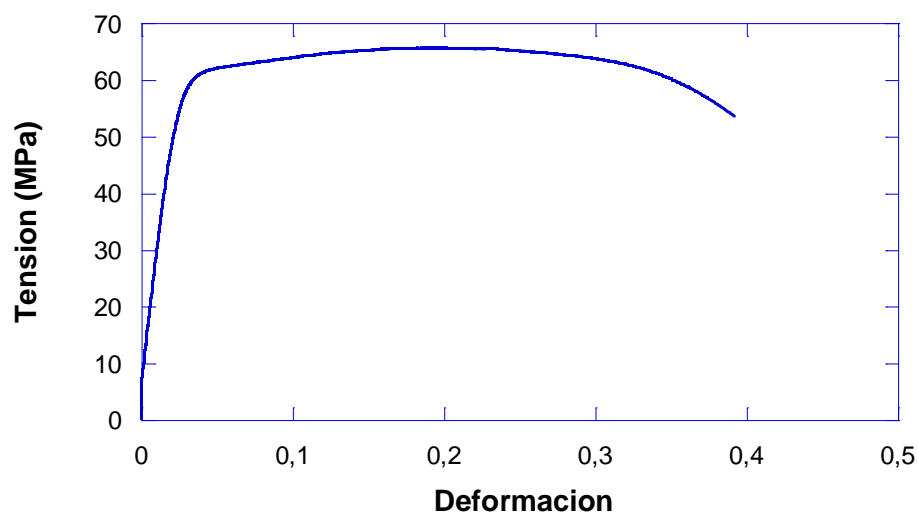


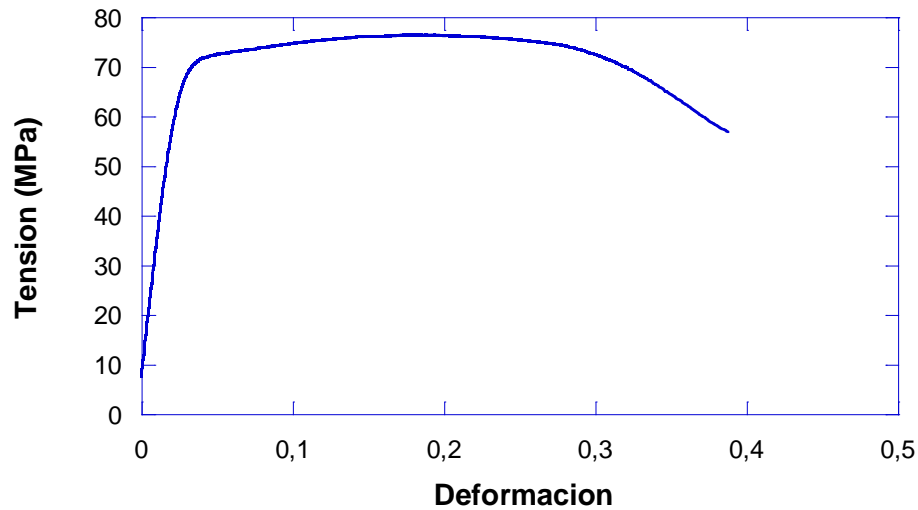
Figura 1: Ensayo de tracción. Probeta nº 1 de Poliamida pura.



Ensayo	E (GPa)	σ_y (Mpa)	σ_u (Mpa)	e_{max} (%)
T2	2,6	56,6	65,0	17,5

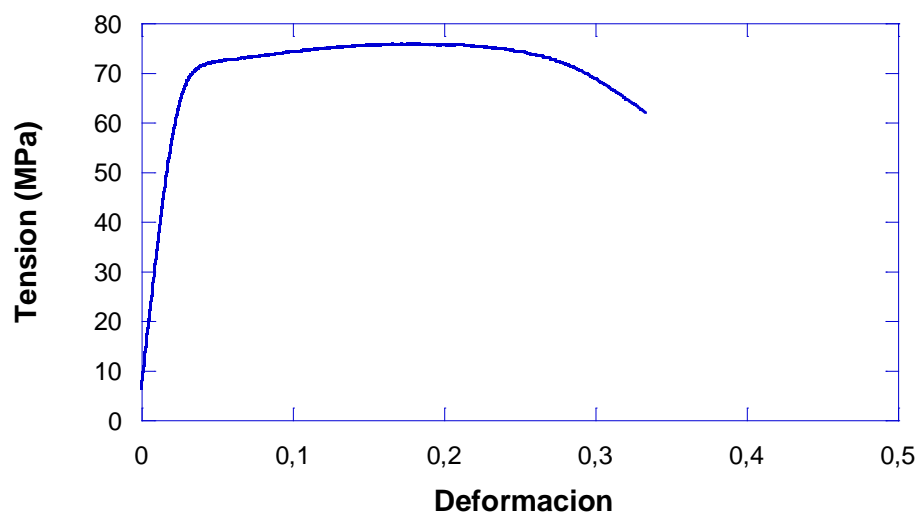
T2	2,3	49,7	65,6	19,14
----	-----	------	------	-------

Figura 2: Ensayo de tracción. Probeta nº 2 de Poliamida pura.



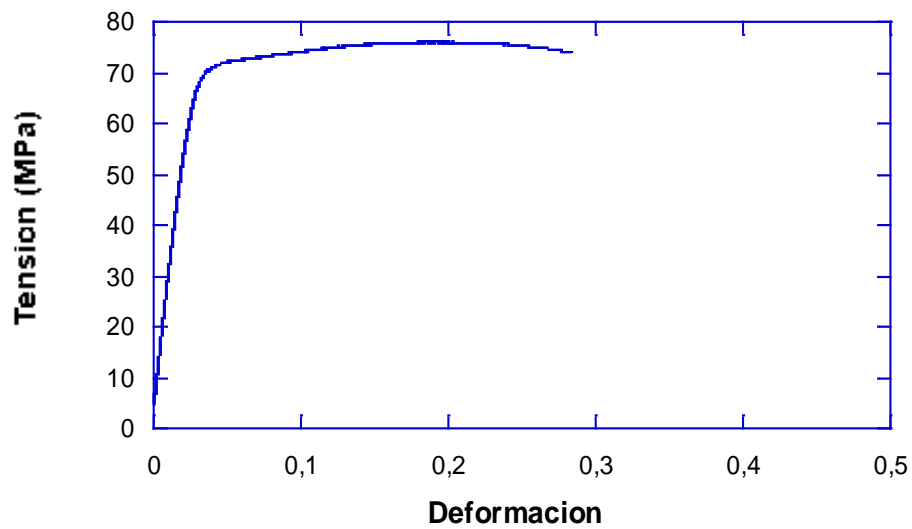
Ensayo	E (GPa)	σ_y (Mpa)	σ_u (Mpa)	ϵ_{max} (%)
T3	2,7	58,8	76,4	18,09

Figura 3: Ensayo de tracción. Probeta nº 3 de Poliamida pura.



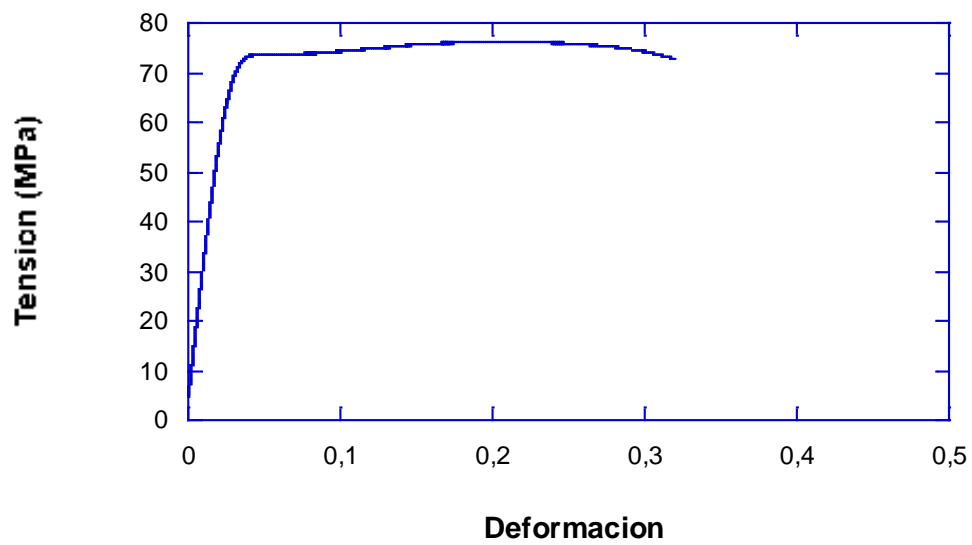
Ensayo	E (GPa)	σ_y (Mpa)	σ_u (Mpa)	e_{max} (%)
T4	2,7	58,8	75,9	17,97

Figura 4: Ensayo de tracción. Probeta nº 4 de Poliamida pura.



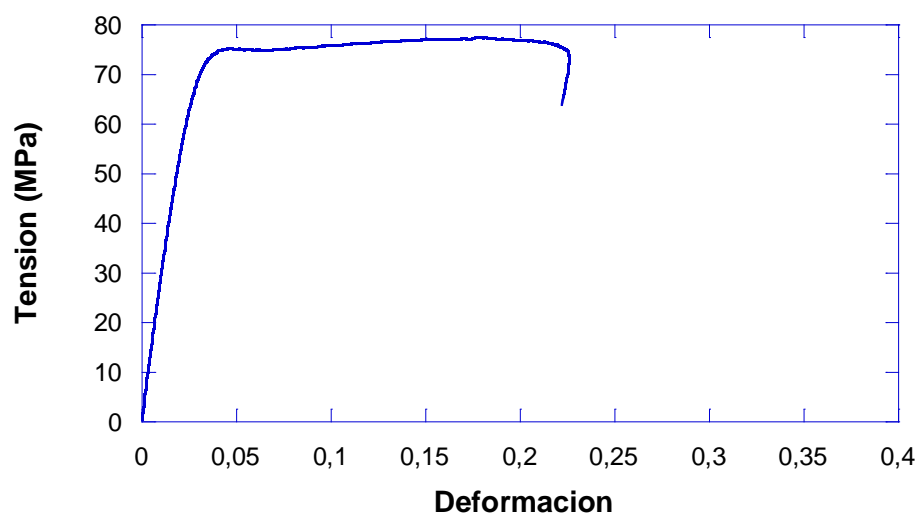
Ensayo	E (GPa)	σ_y (Mpa)	σ_u (Mpa)	e_{max} (%)
T5	2,6	59,6	76,1	18,55

Figura 5: Ensayo de tracción. Probeta nº 5 de Poliamida pura.



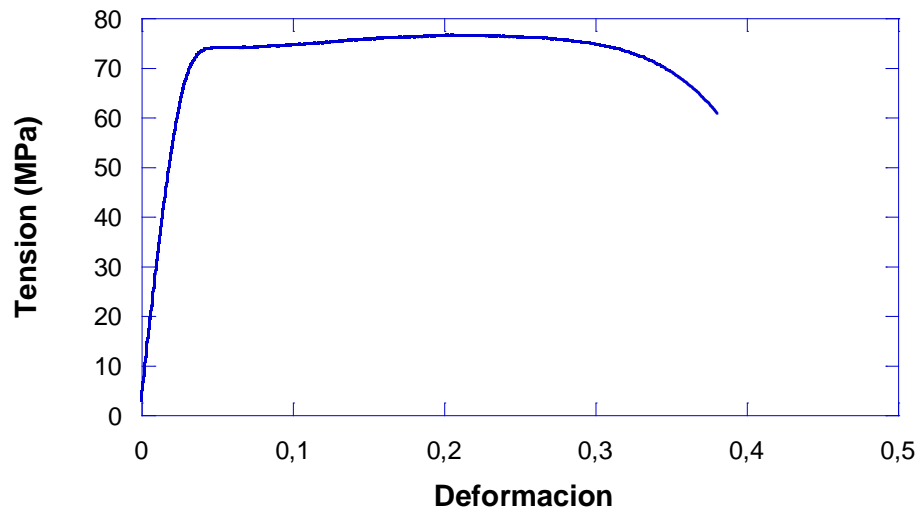
Ensayo	E (GPa)	σ_y (Mpa)	σ_u (Mpa)	emax (%)
T1	2,6	61,8	76,4	18,09

Figura 6: Ensayo de tracción. Probeta nº 1 de PA +0,25% de óxido de grafeno.



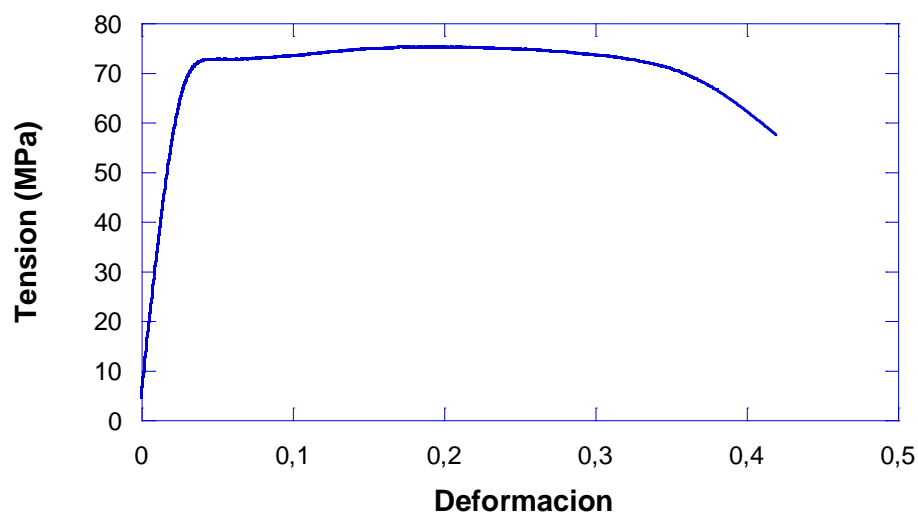
Ensayo	E (GPa)	σ_y (Mpa)	σ_u (Mpa)	e_{max} (%)
T2	2,6	67,7	77,4	17,9

Figura 7: Ensayo de tracción. Probeta nº 2 de PA +0,25% de óxido de grafeno.



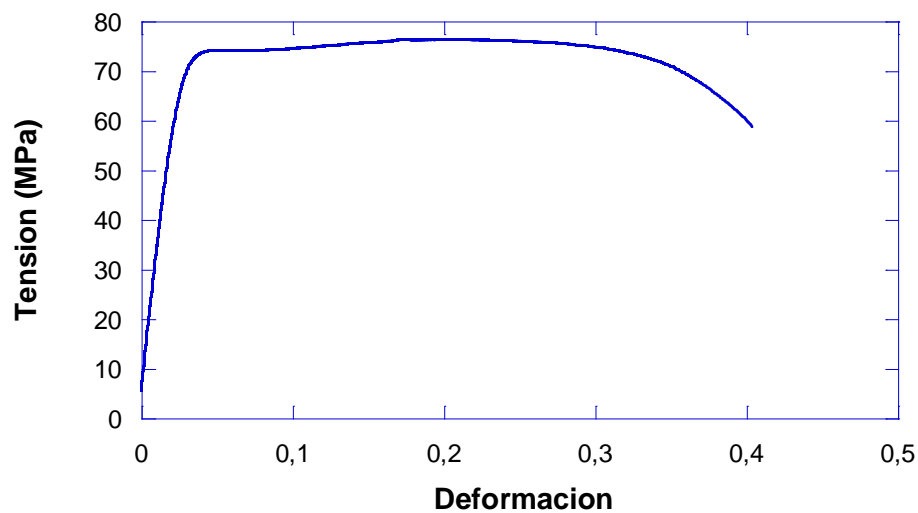
Ensayo	E (GPa)	σ_y (Mpa)	σ_u (Mpa)	e_{max} (%)
T3	2,6	62,7	76,7	20,22

Figura 8: Ensayo de tracción. Probeta nº 3 de PA +0,25% de óxido de grafeno



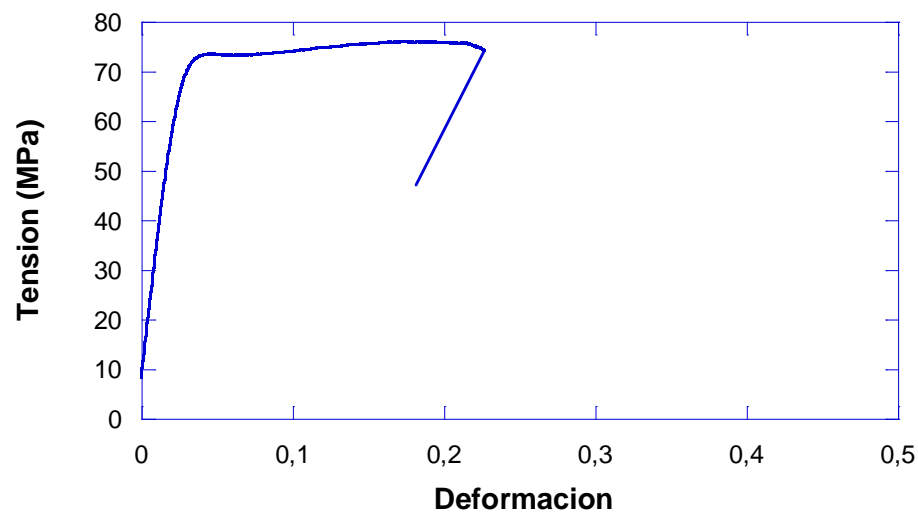
Ensayo	E (GPa)	σ_y (Mpa)	σ_u (Mpa)	e_{max} (%)
T4	2,7	61,5	75,3	17,22

Figura 9: Ensayo de tracción. Probeta nº 4 de PA +0,25% de óxido de grafeno



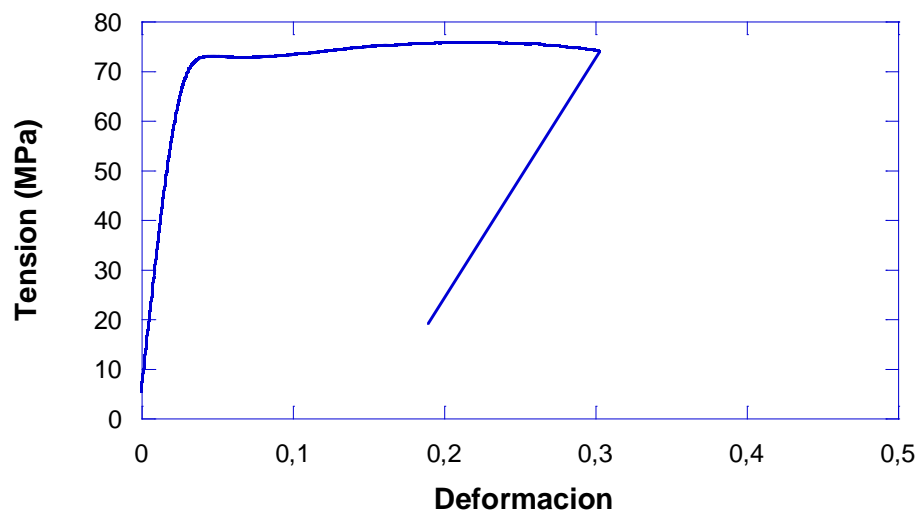
Ensayo	E (GPa)	σ_y (Mpa)	σ_u (Mpa)	e_{max} (%)
T5	2,7	61,6	76,4	17,24

Figura 10: Ensayo de tracción. Probeta nº 5 de PA +0,25 % de óxido de grafeno



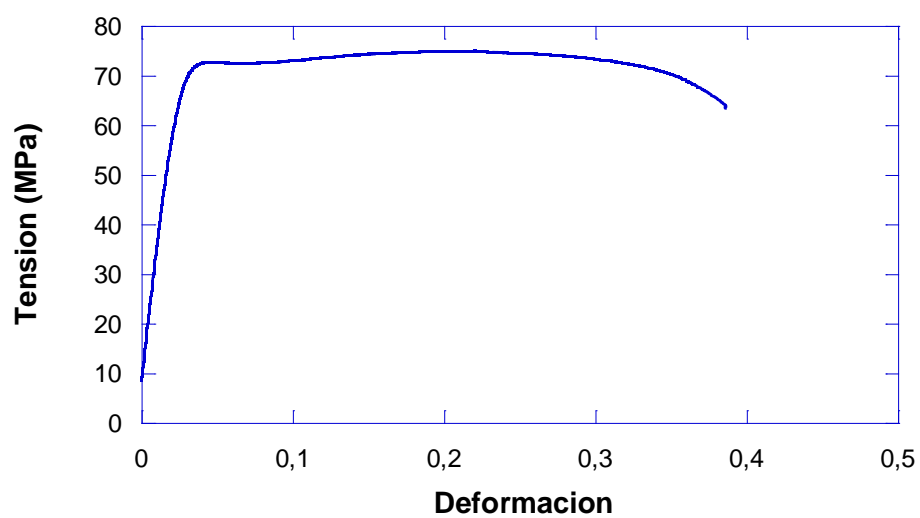
Ensayo	E (GPa)	σ_y (Mpa)	σ_u (Mpa)	e_{max} (%)
T1	2,6	60,7	76,01	17,63

Figura 11: Ensayo de tracción. Probeta nº 1 de PA +0,5% de óxido de grafeno



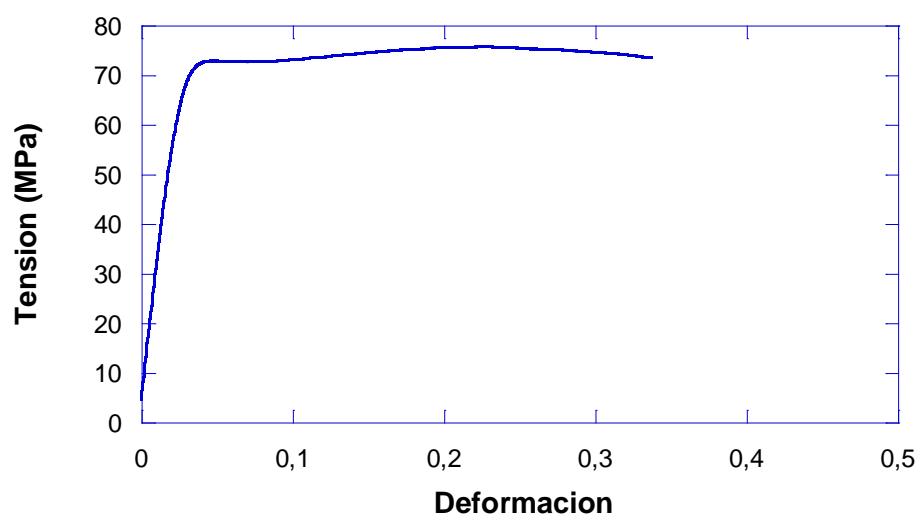
Ensayo	E (GPa)	σ_y (Mpa)	σ_u (Mpa)	e_{max} (%)
T2	2,7	60,5	75,74	20,49

Figura 12: Ensayo de tracción. Probeta nº 2 de PA +0,5% de óxido de grafeno



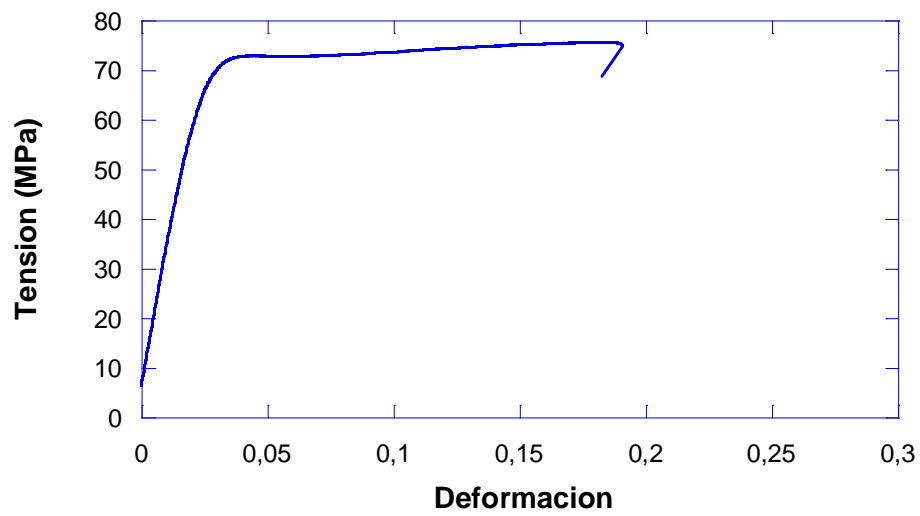
Ensayo	E (GPa)	σ_y (Mpa)	σ_u (Mpa)	emax (%)
T3	2,6	60,4	75	22,11

Figura 13: Ensayo de tracción. Probeta nº 3 de PA +0,5% de óxido de grafeno



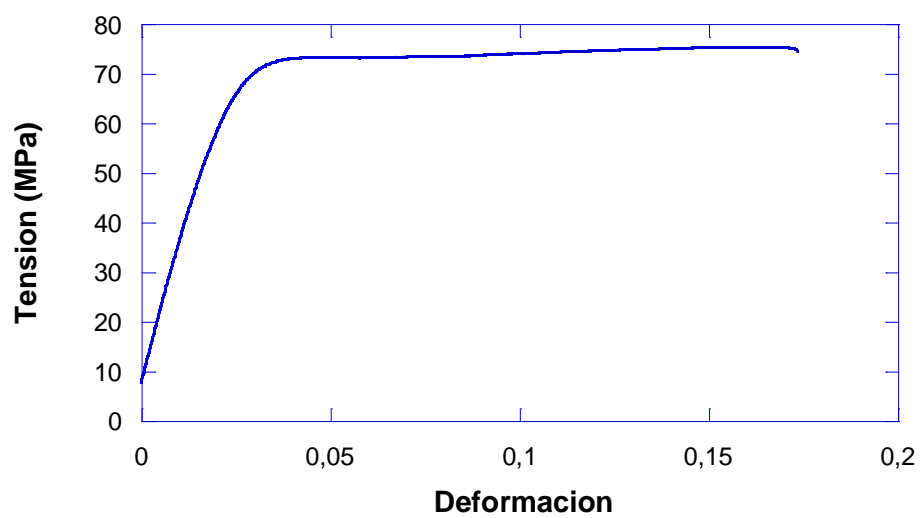
Ensayo	E (GPa)	σ_y (Mpa)	σ_u (Mpa)	emax (%)
T4	2,6	60,9	75,74	22,66

Figura 14: Ensayo de tracción. Probeta nº 4 de PA +0,5% de óxido de grafeno



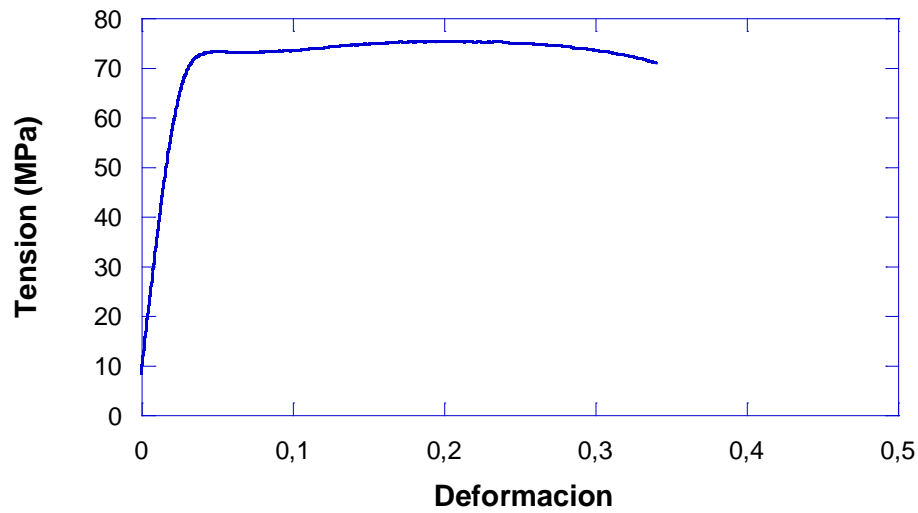
Ensayo	E (GPa)	σ_y (Mpa)	σ_u (Mpa)	e_{max} (%)
T5	2,6	60,8	75,55	18,18

Figura 15: Ensayo de tracción. Probeta nº 5 de PA +0,5% de óxido de grafeno



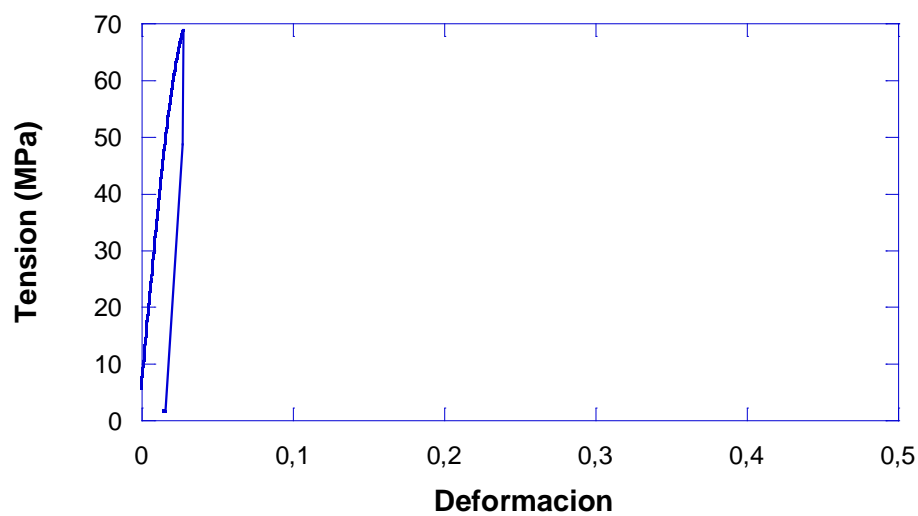
Ensayo	E (GPa)	σ_y (Mpa)	σ_u (Mpa)	ϵ_{max} (%)
T2	2,7	60,2	75,4	15,05

Figura 16: Ensayo de tracción. Probeta nº 2 de PA +1 % de óxido de grafeno



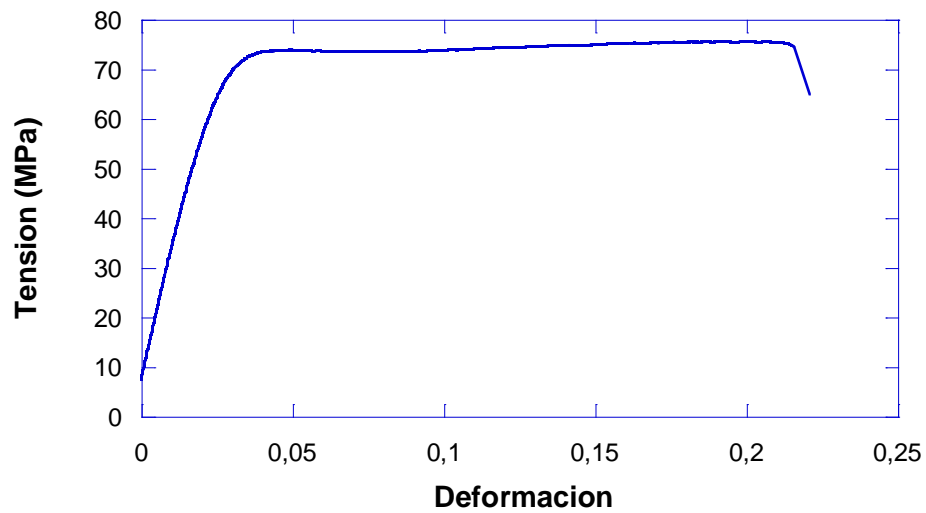
Ensayo	E (GPa)	σ_y (Mpa)	σ_u (Mpa)	ϵ_{max} (%)
T3	2,6	60,6	75,3	19,97

Figura 17: Ensayo de tracción. Probeta nº 3 de PA +1 % de óxido de grafeno



Ensayo	E (GPa)	σ_y (Mpa)	σ_u (Mpa)	emax (%)
T4	2,8	60,9	68,9	2,79

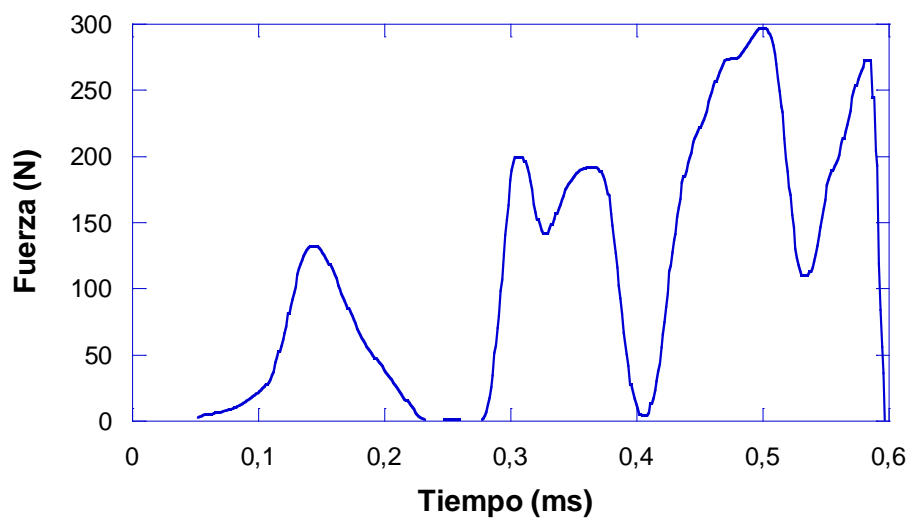
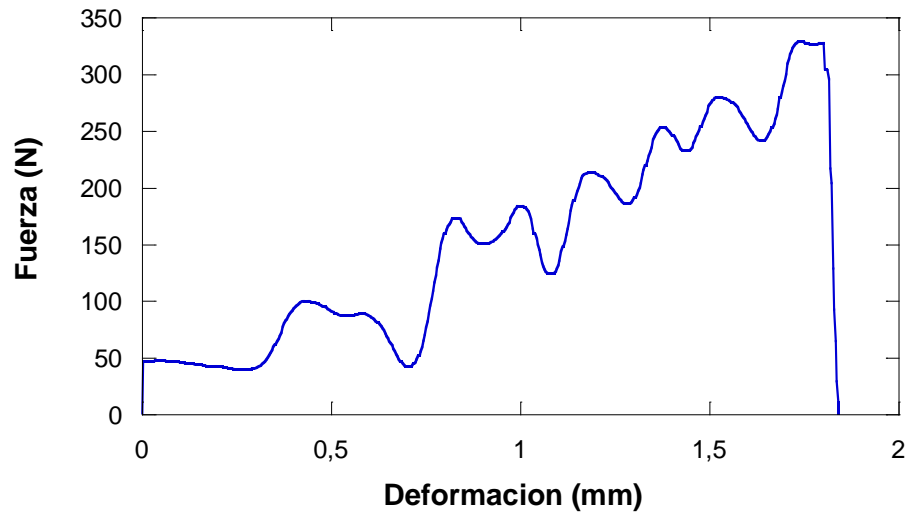
Figura 18: Ensayo de tracción. Probeta nº 4 de PA +1 % de óxido de grafeno



Ensayo	E (GPa)	σ_y (Mpa)	σ_u (Mpa)	emax (%)
T5	2,6	60,8	75,6	20,13

Figura 19: Ensayo de tracción. Probeta nº 5 de PA +1 % de óxido de grafeno

10. ANEXO II: GRÁFICAS DE COMPORTAMIENTO DEL ENSAYO CHARPY INSTRUMENTADO.



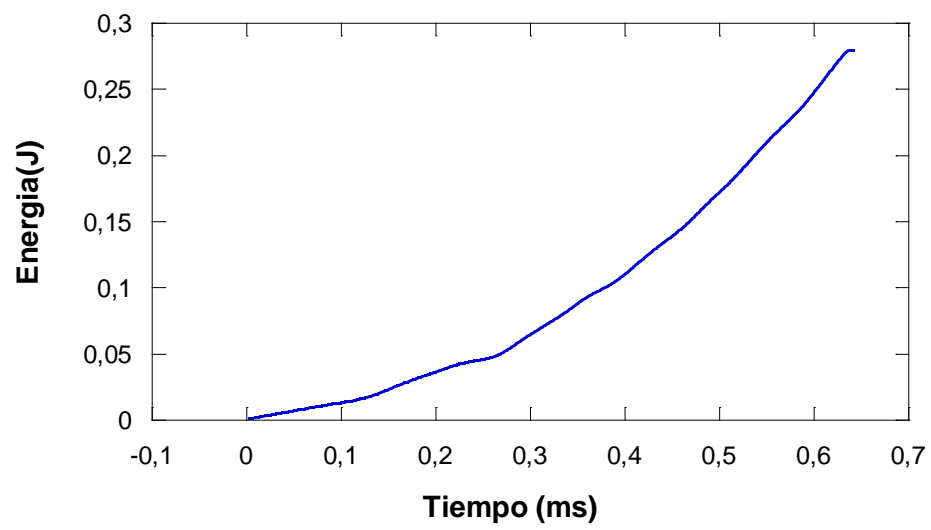
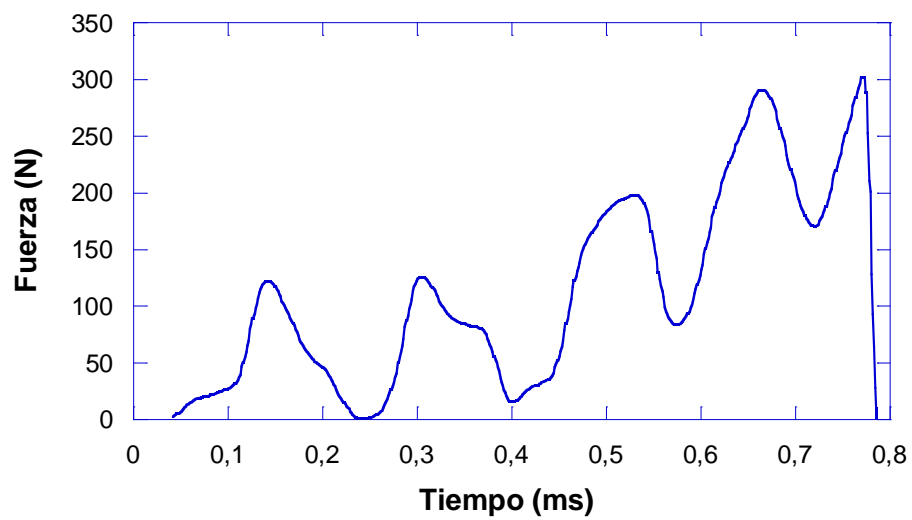


Figura 1. Ensayo de impacto. Probeta nº 1 de Poliamida pura.



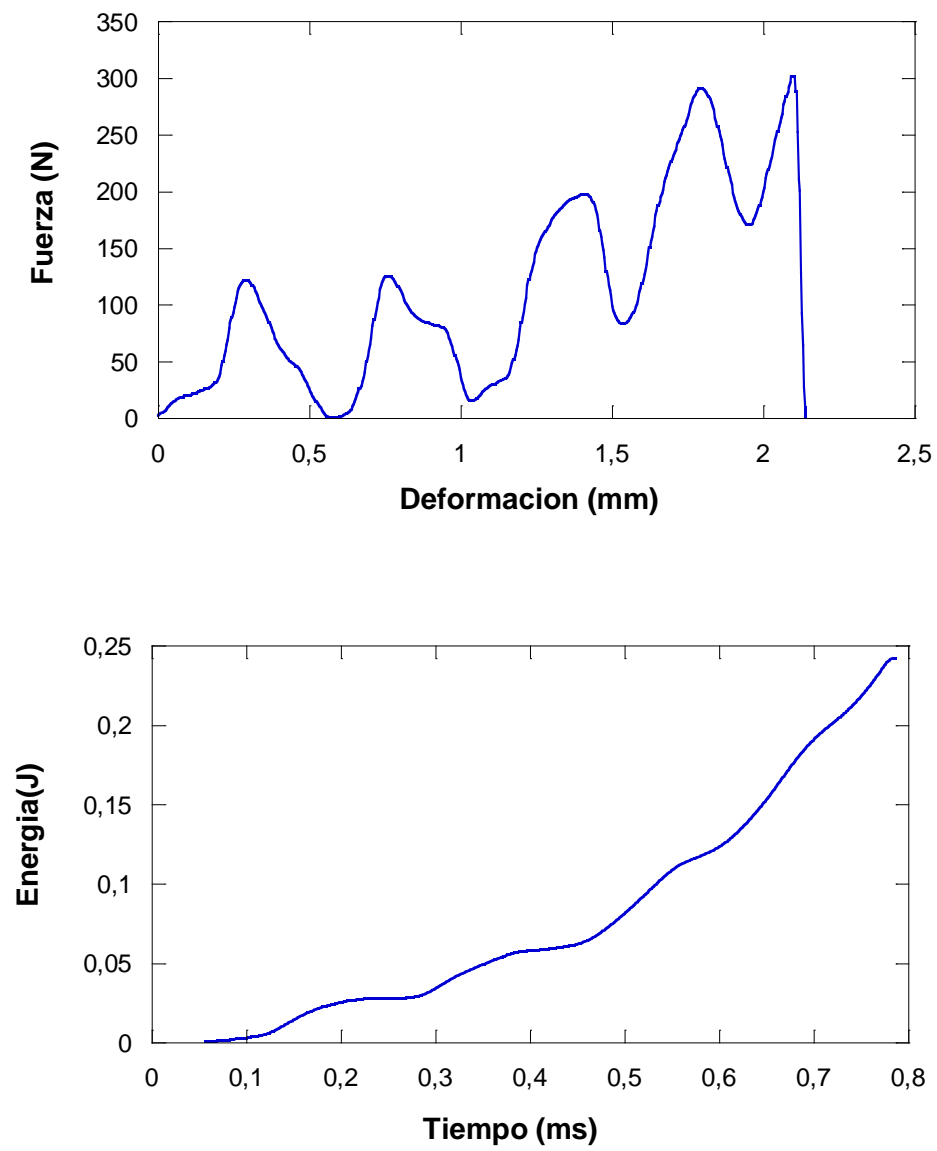


Figura 2. Ensayo de impacto. Probeta nº 2 de Poliamida pura.

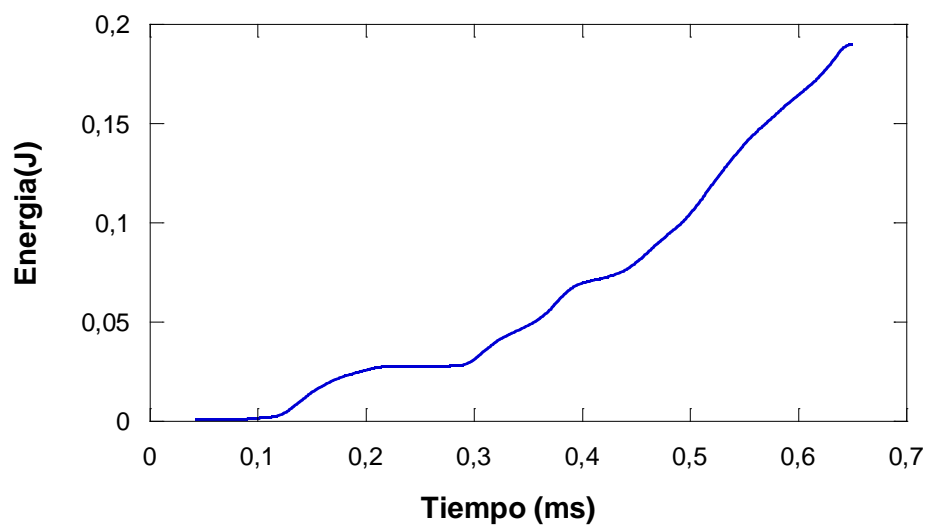
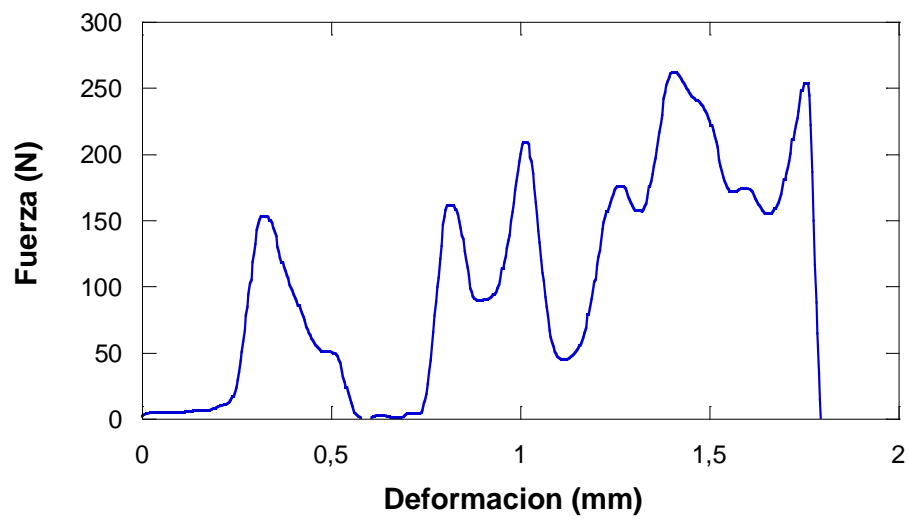
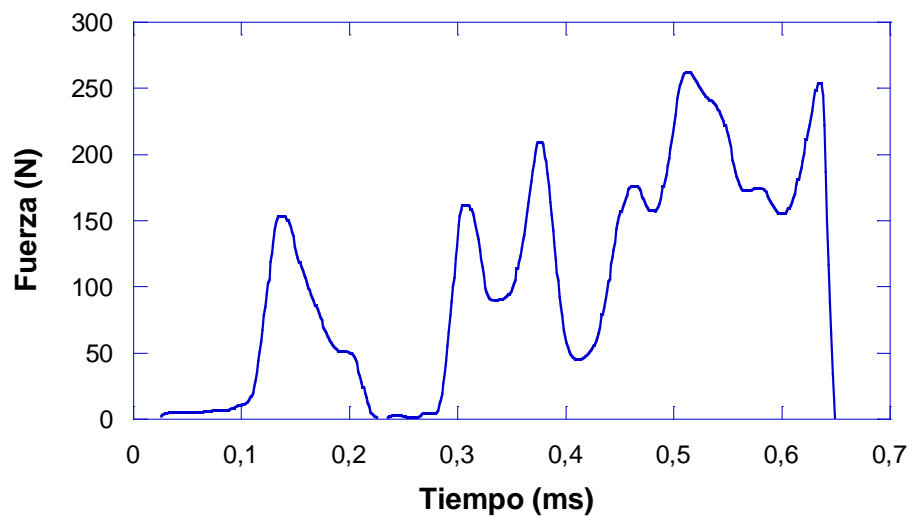
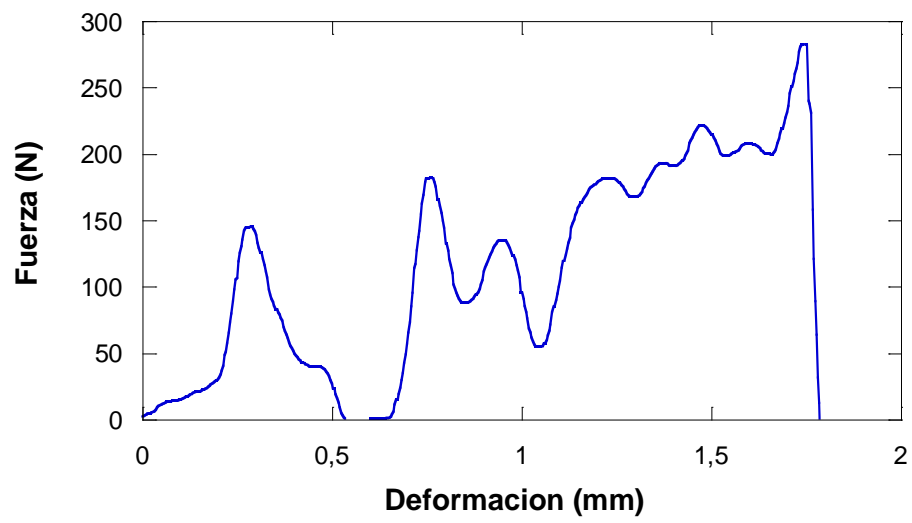


Figura 3. Ensayo de impacto. Probeta nº 3 de Poliamida pura.



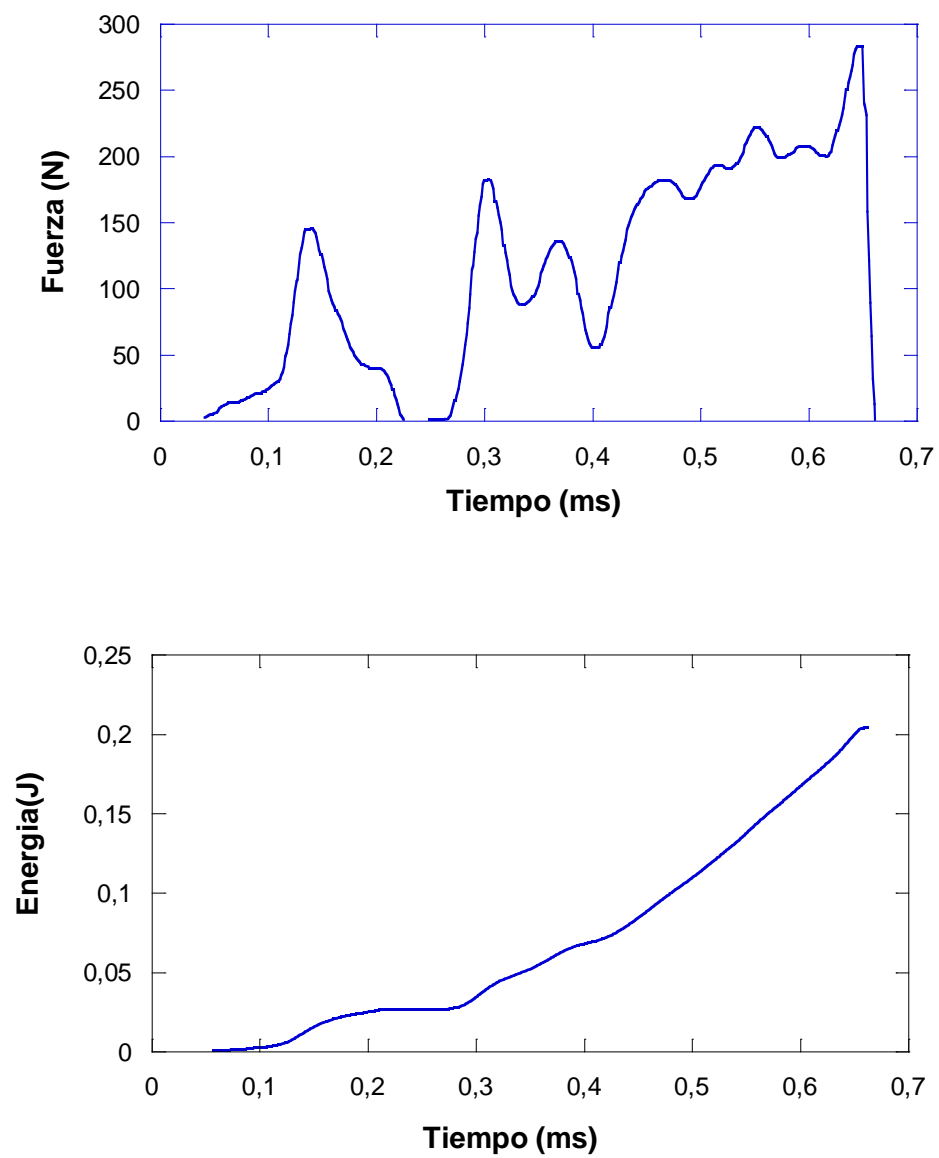


Figura 4. Ensayo de impacto. Probeta nº 4 de Poliamida pura.

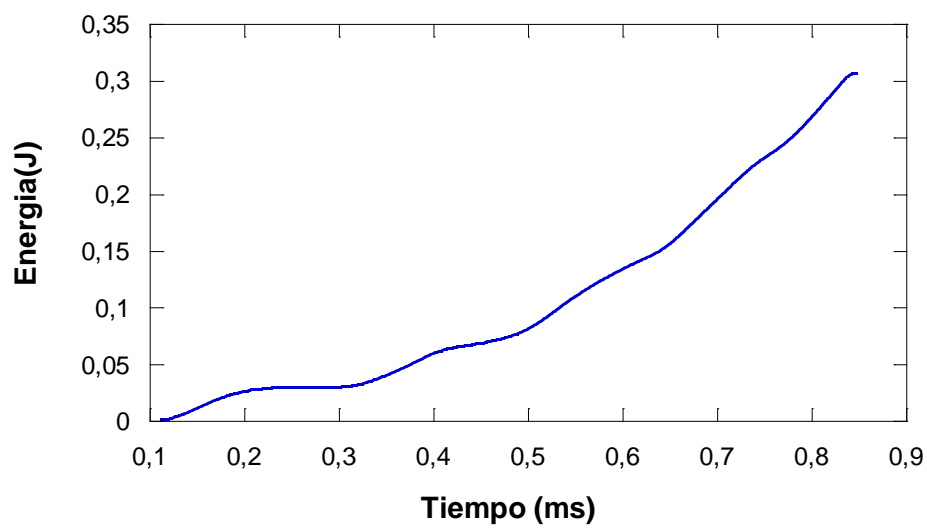
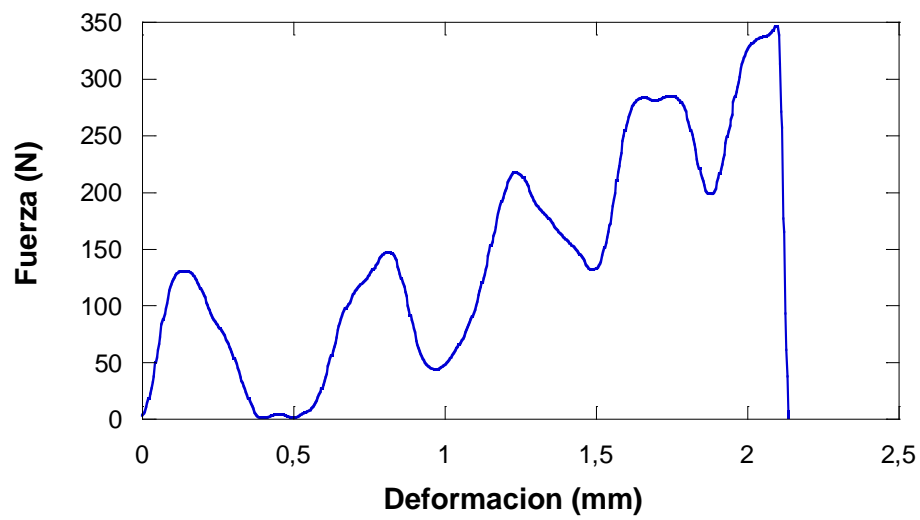
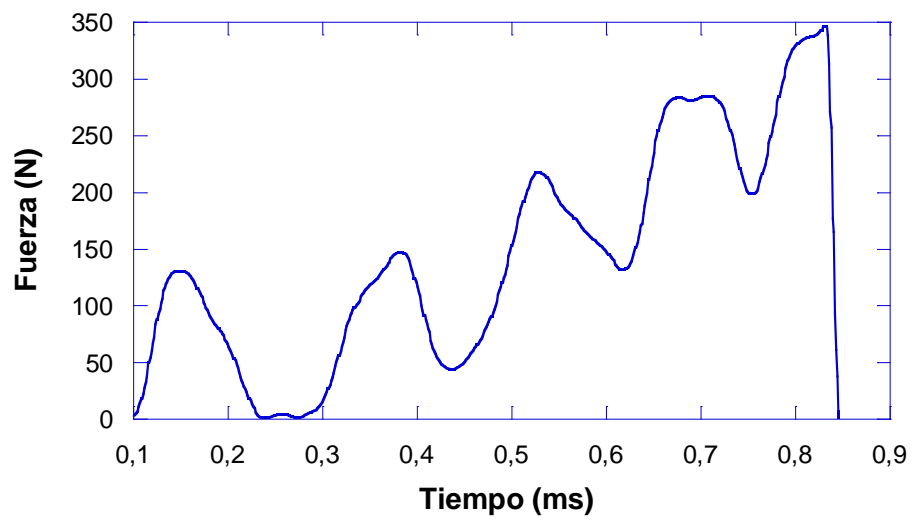
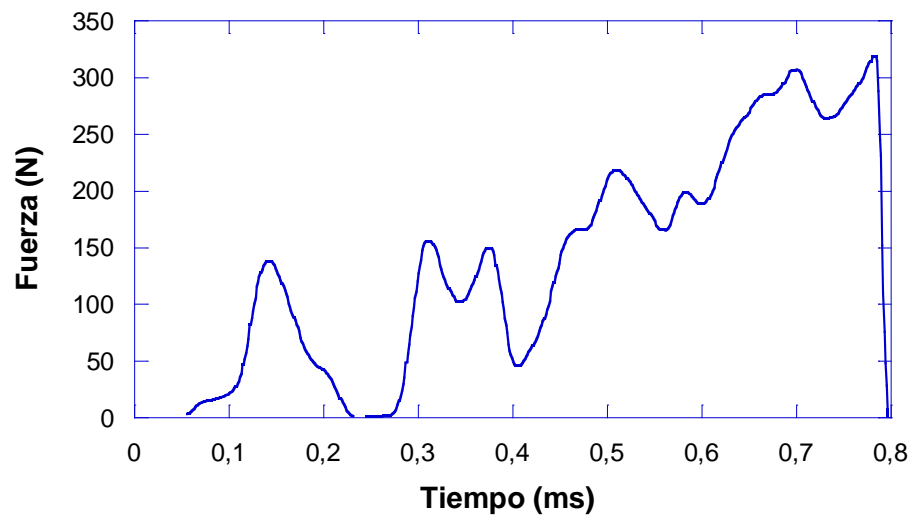


Figura 5. Ensayo de impacto. Probeta nº 5 de Poliamida pura.



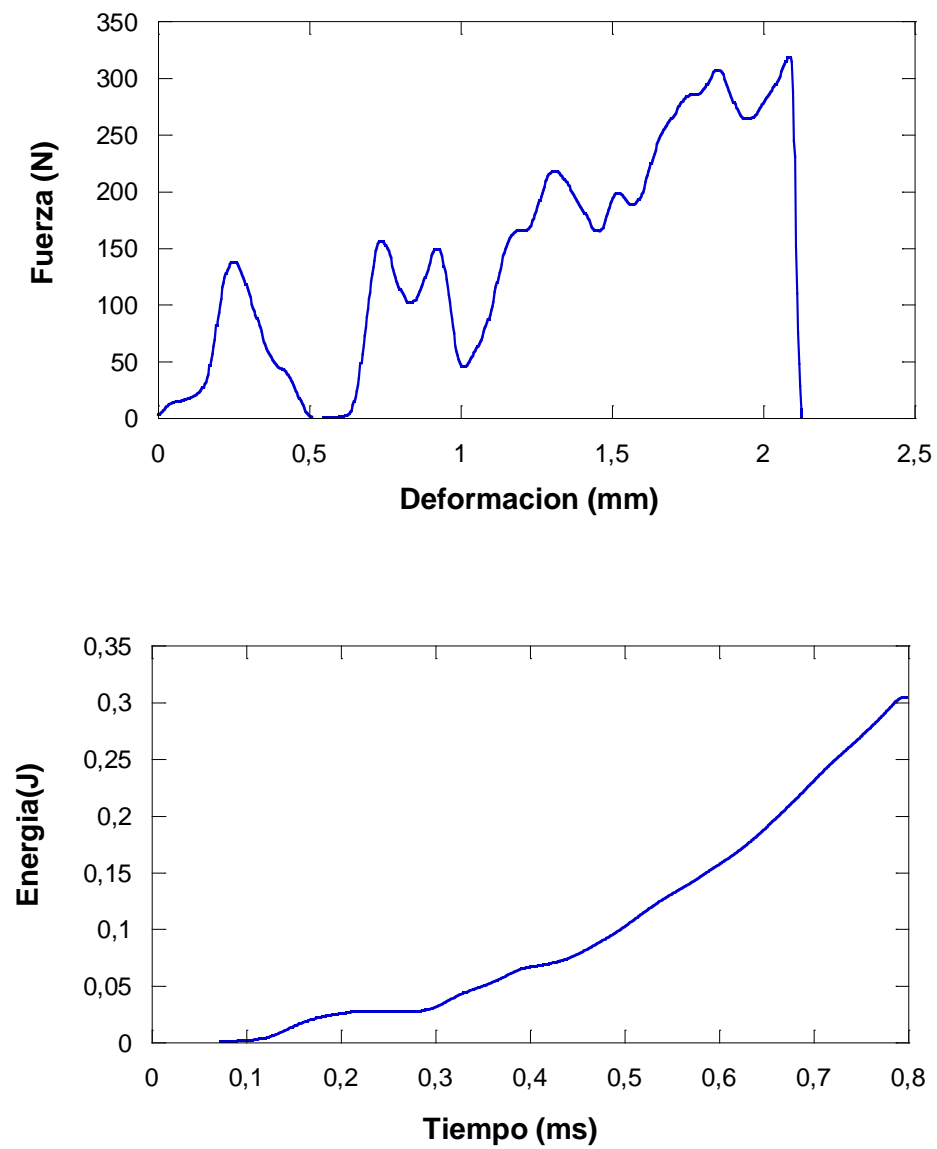


Figura 6. Ensayo de impacto. Probeta nº 6 de Poliamida pura.

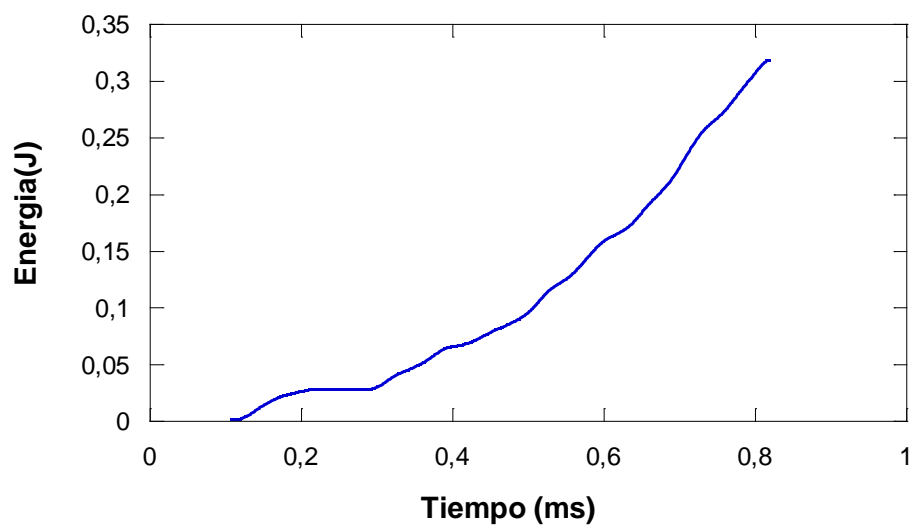
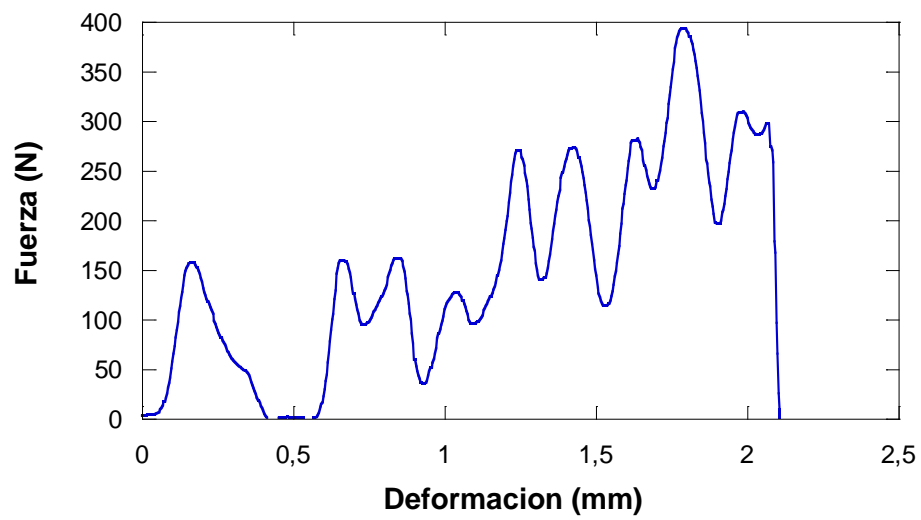
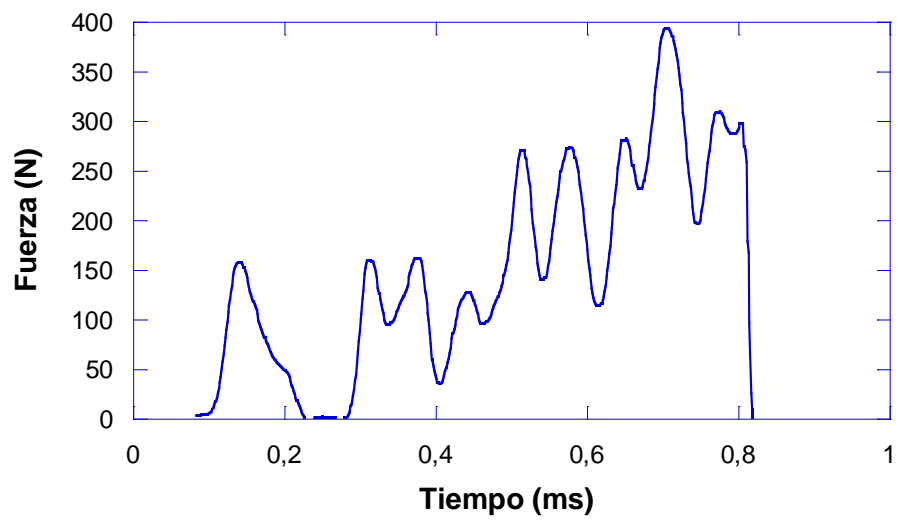


Figura 7. Ensayo de impacto. Probeta nº 7 de Poliamida pura.

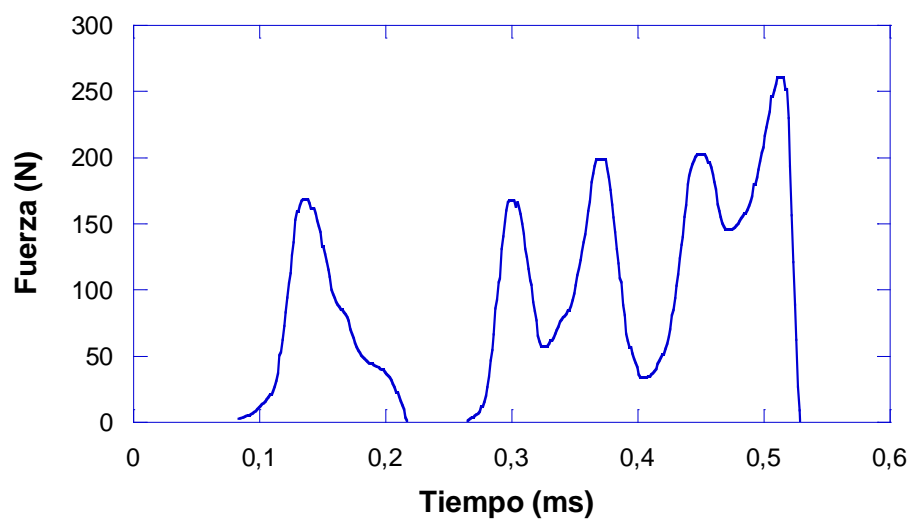
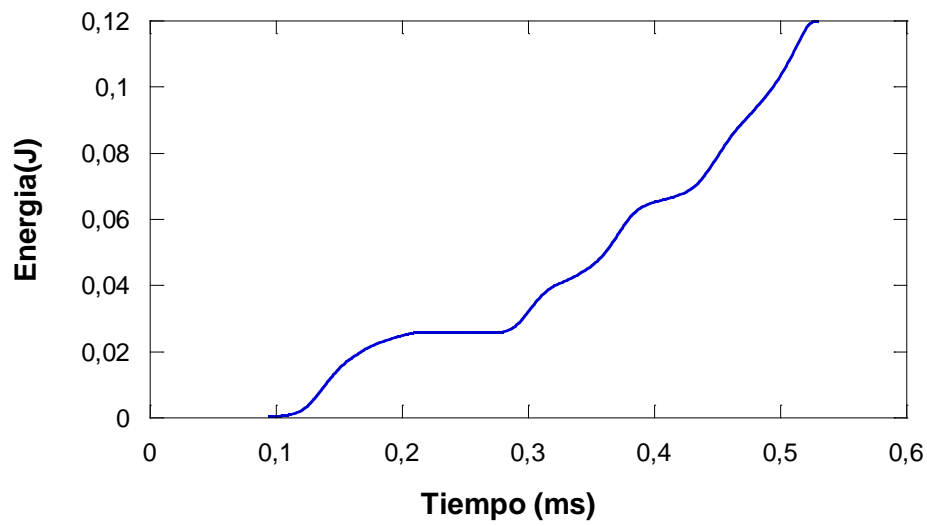
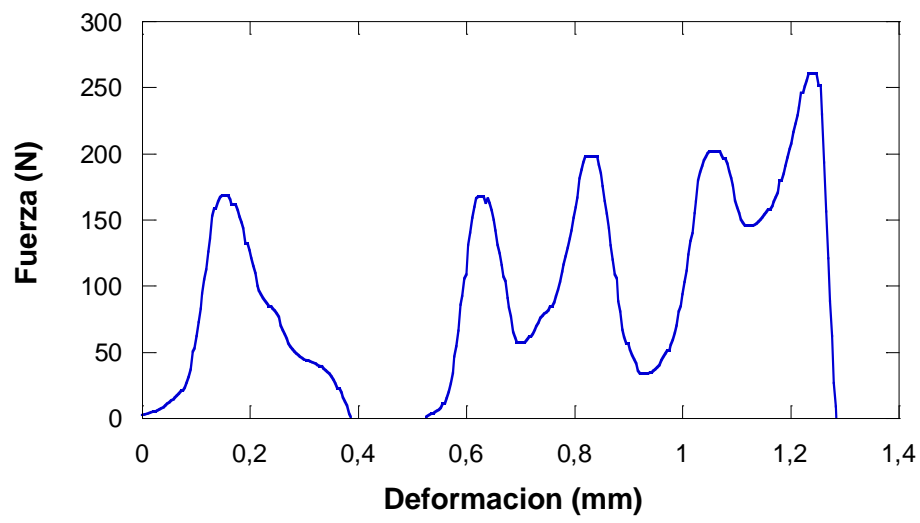


Figura 8. Ensayo de impacto. Probeta nº 1 de PA + 0,25% de óxido de grafeno.

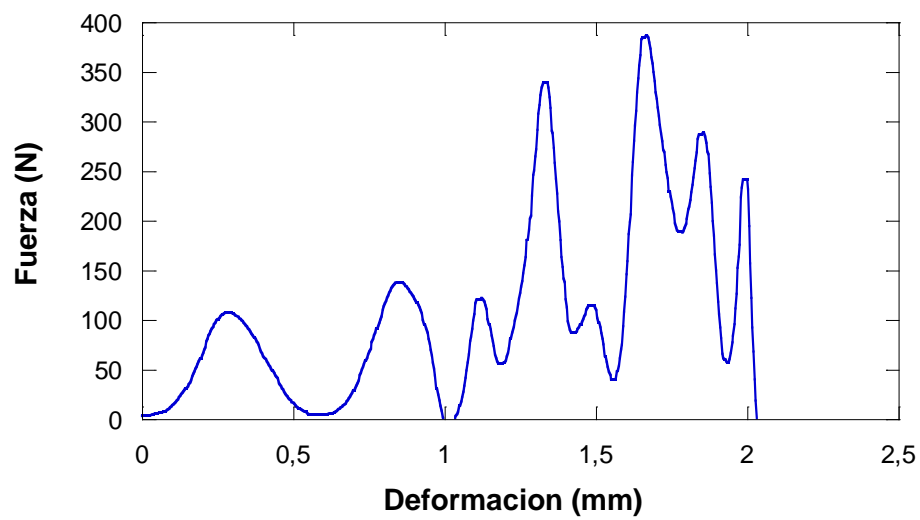
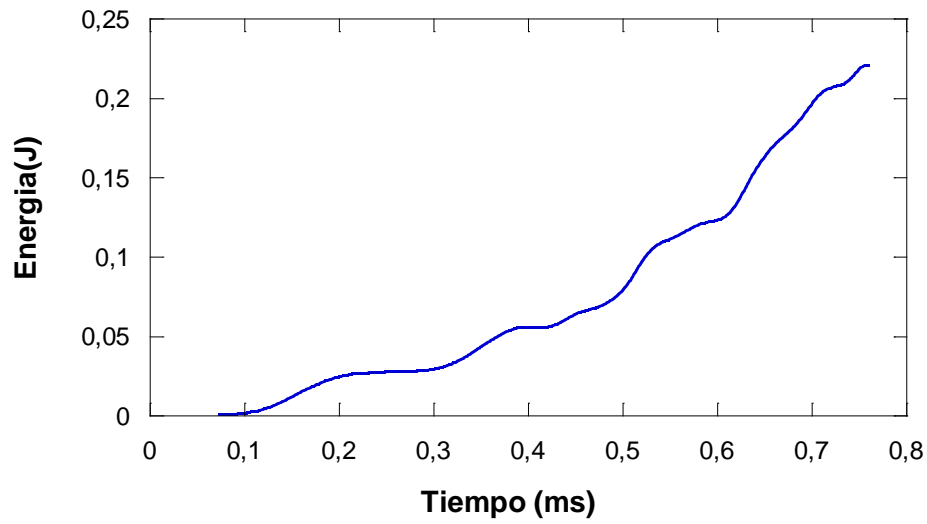
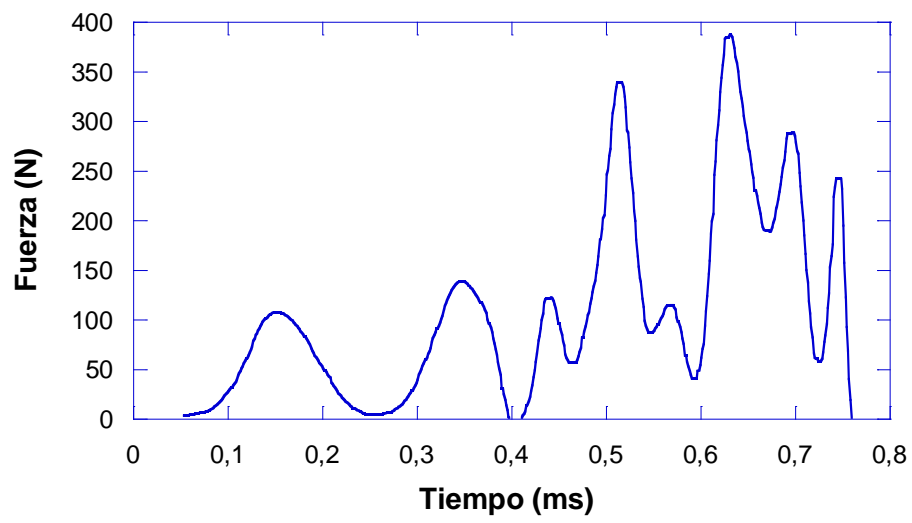
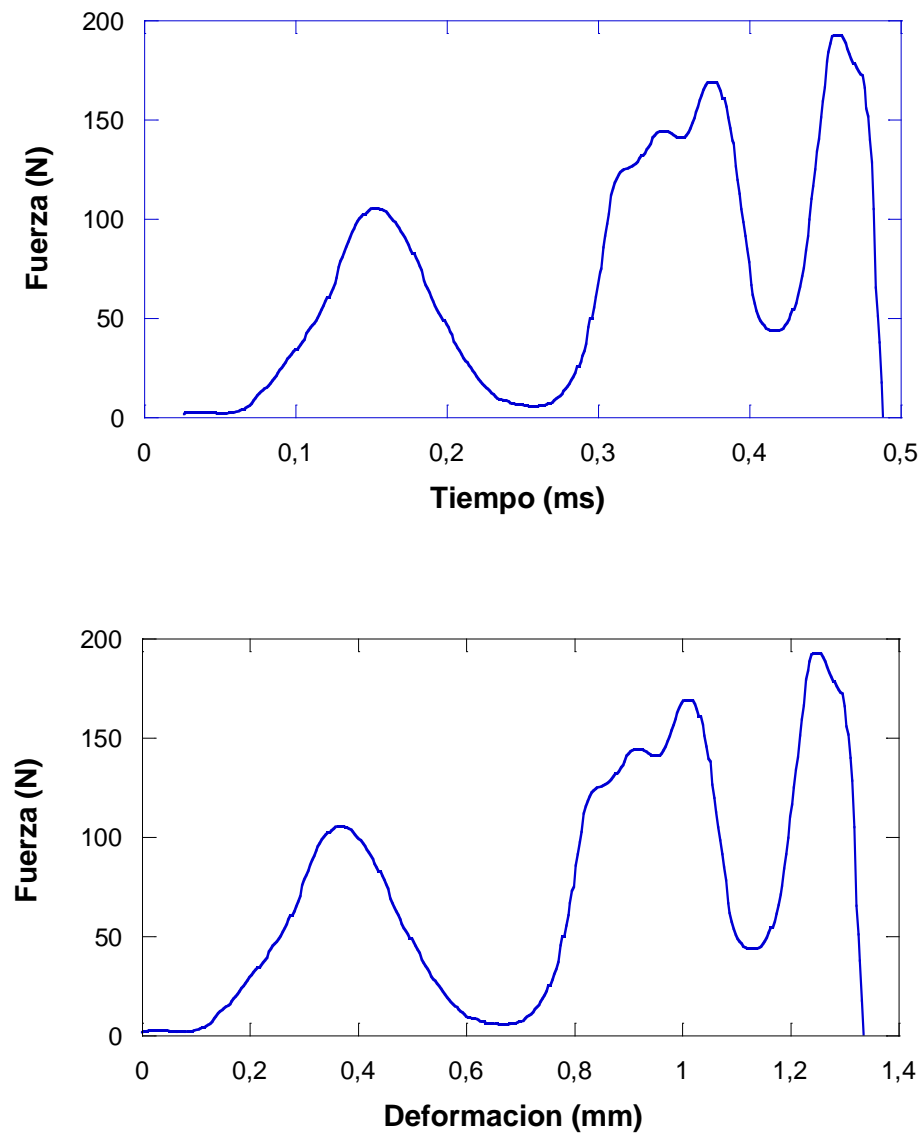


Figura 9. Ensayo de impacto. Probeta nº 2 de PA + 0,25% de óxido de grafeno.



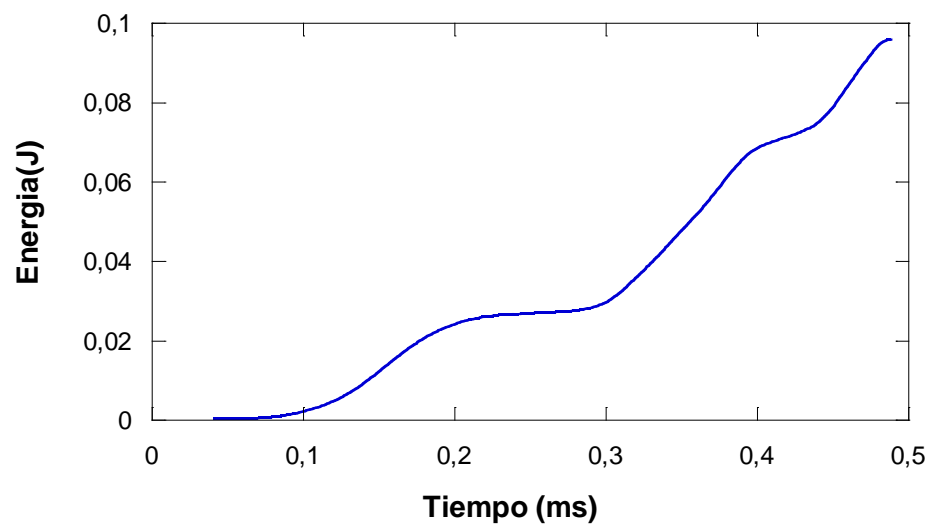


Figura 10. Ensayo de impacto. Probeta nº 3 de PA + 0,25% de óxido de grafeno

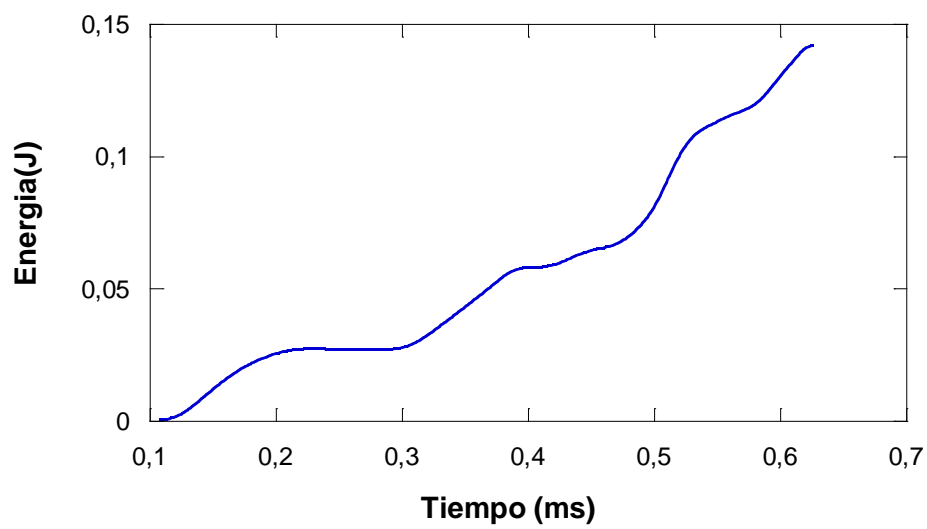
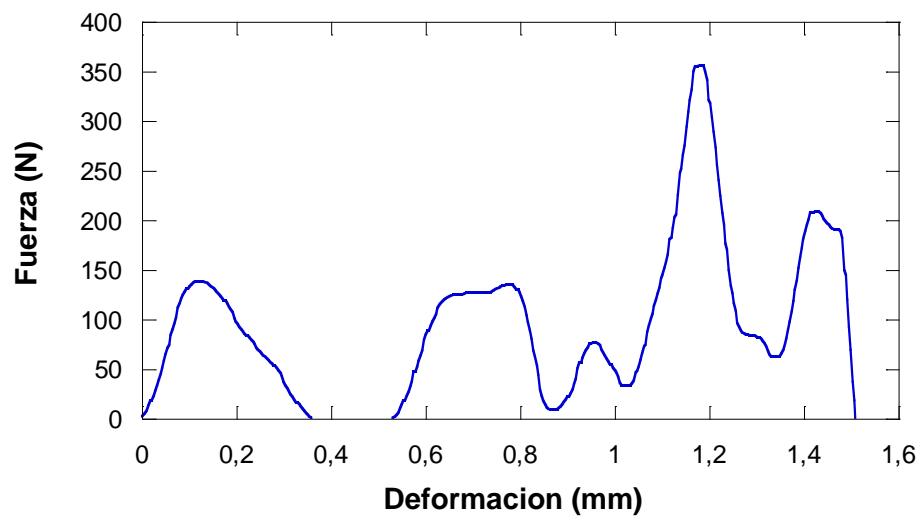
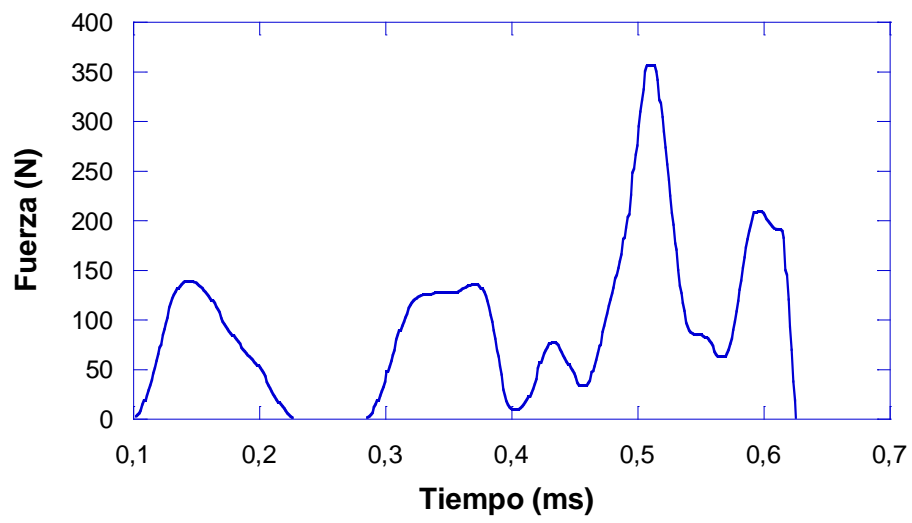


Figura 11. Ensayo de impacto. Probeta nº 4 de PA + 0,25% de óxido de grafeno

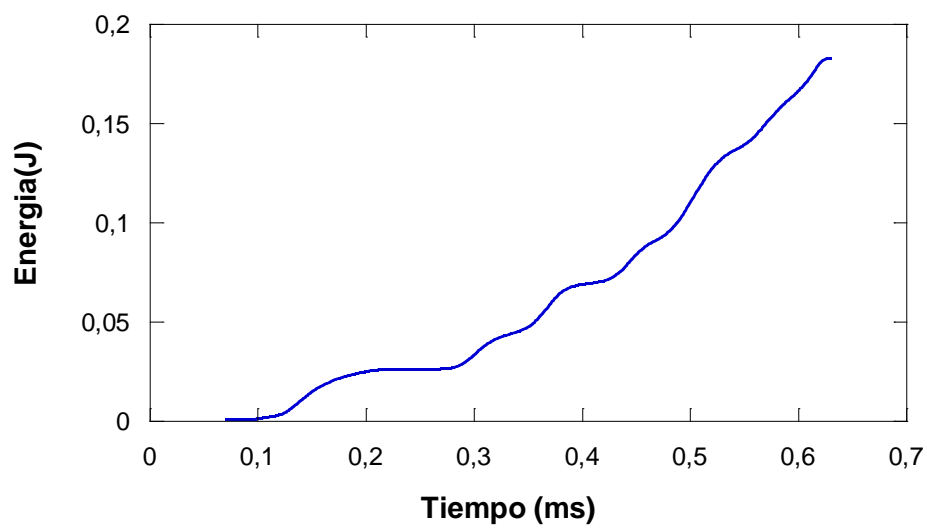
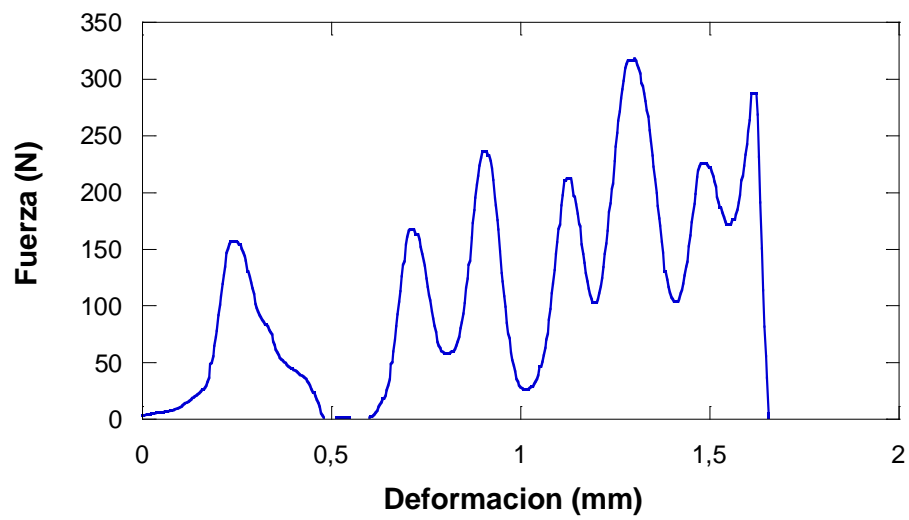
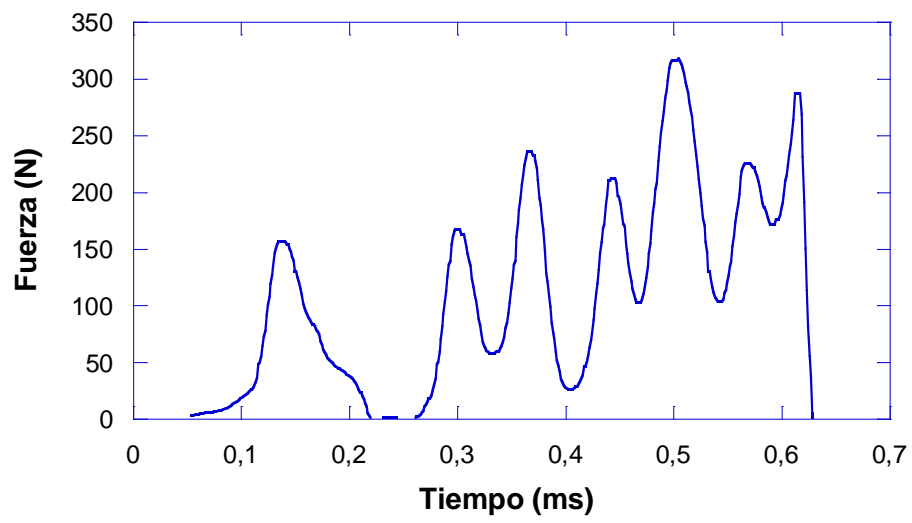


Figura 12. Ensayo de impacto. Probeta nº 5 de PA + 0,25% de óxido de grafeno.

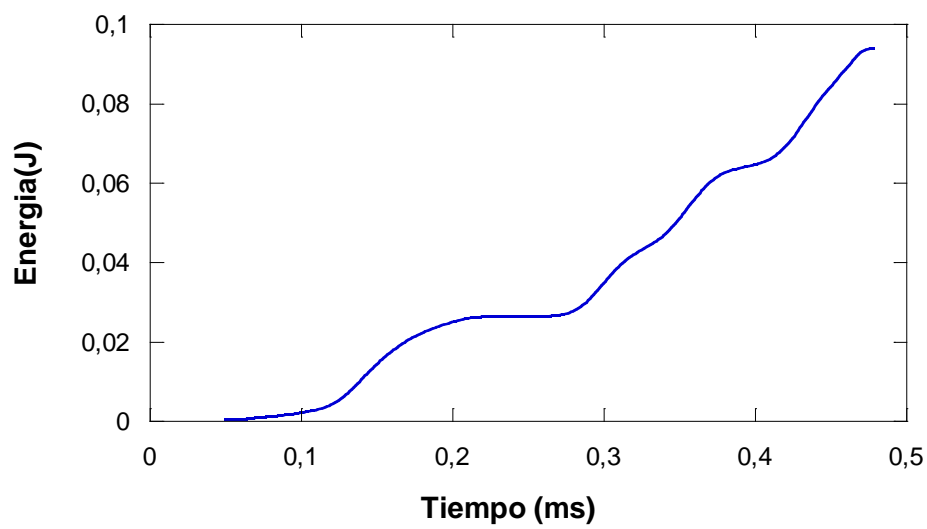
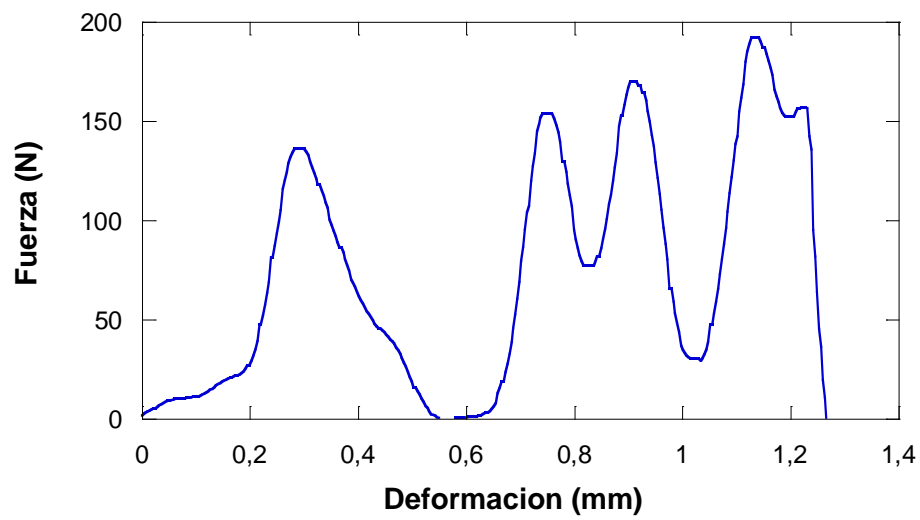
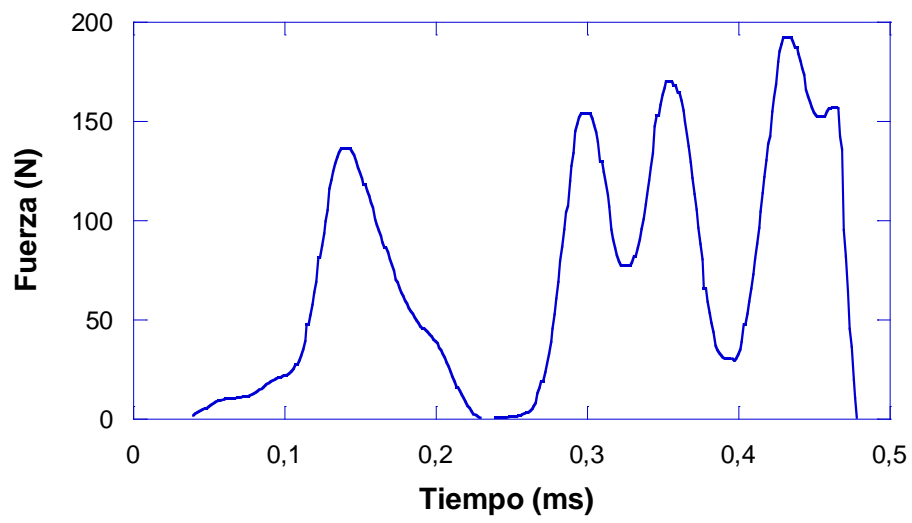


Figura 13. Ensayo de impacto. Probeta nº 6 de PA + 0,25% de óxido de grafeno.

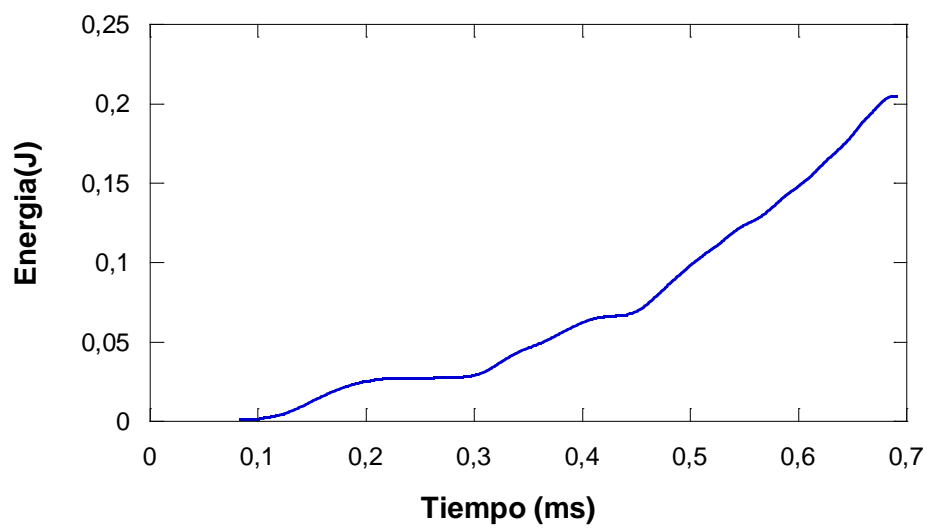
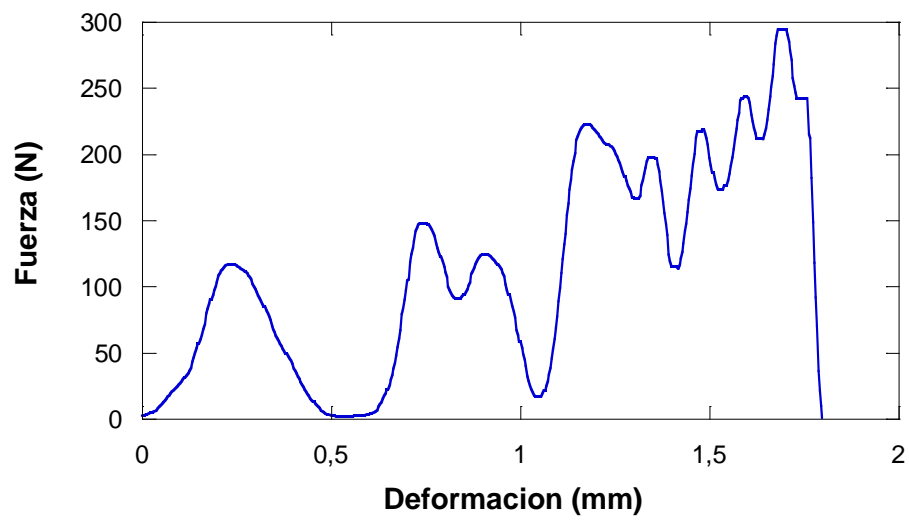
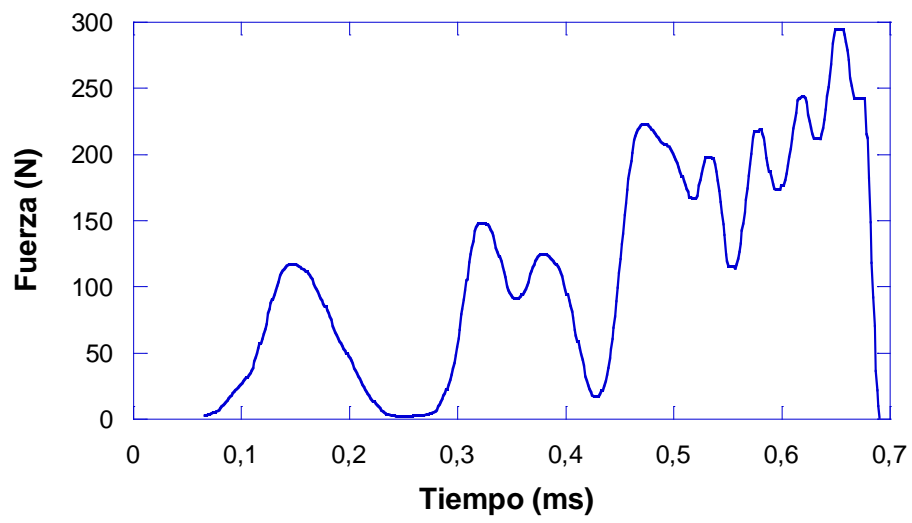


Figura 14. Ensayo de impacto. Probeta nº 7 de PA + 0,25% de óxido de grafeno.

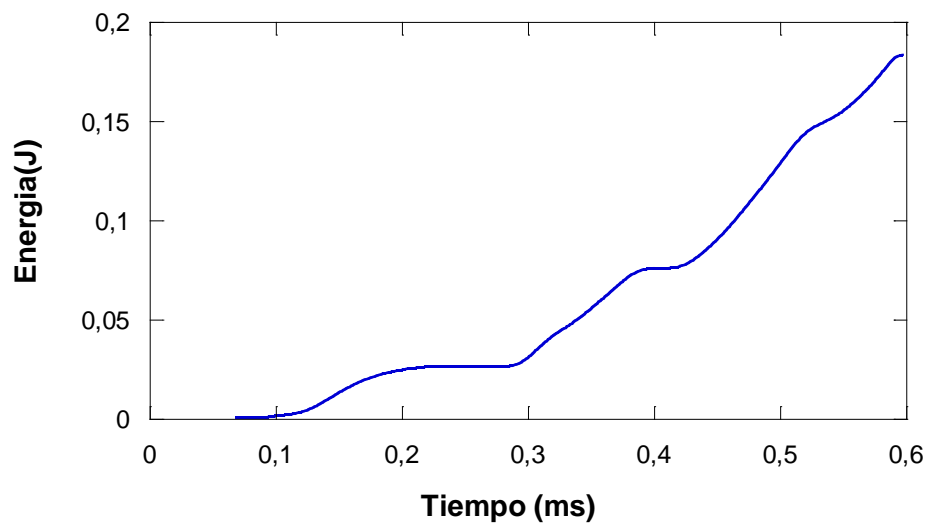
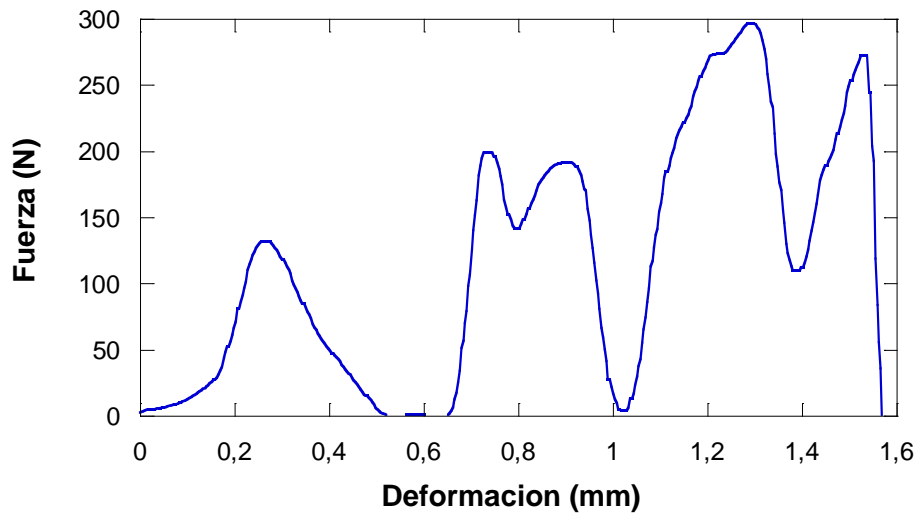
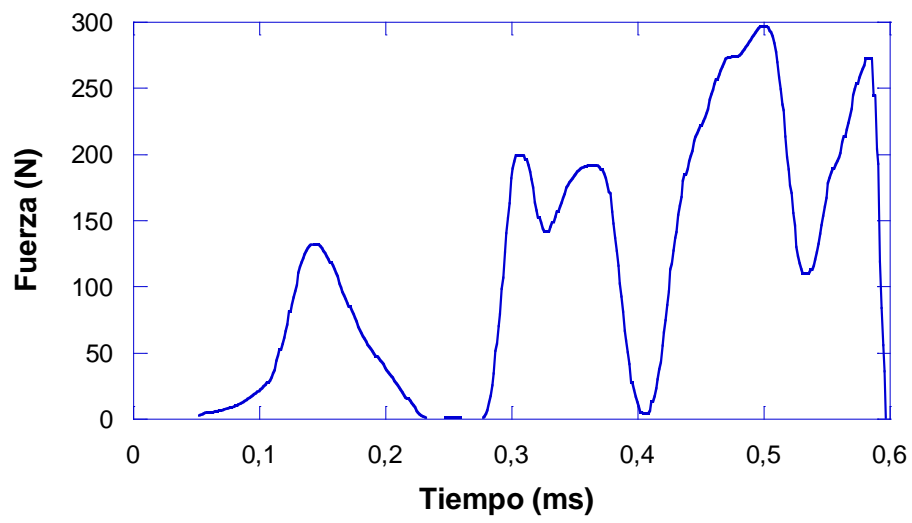


Figura 15. Ensayo de impacto. Probeta nº 1 de PA + 0,5% de óxido de grafeno.

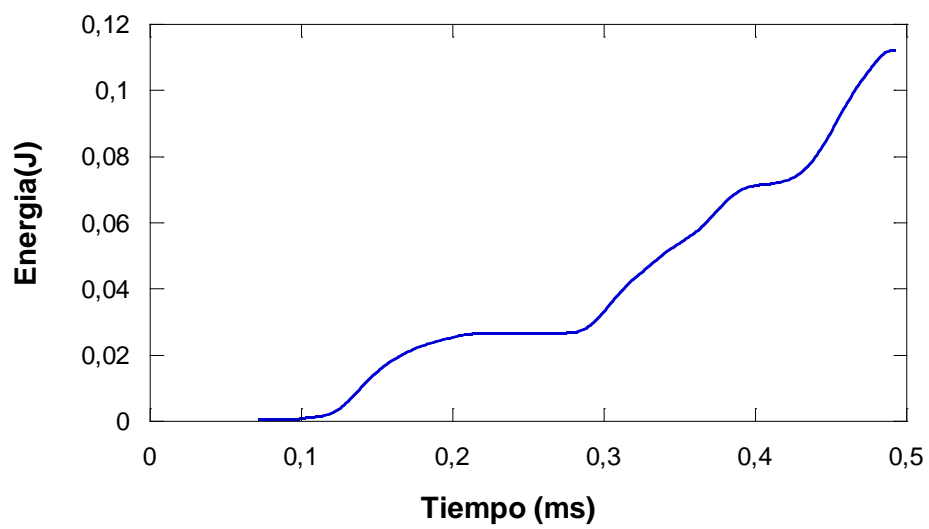
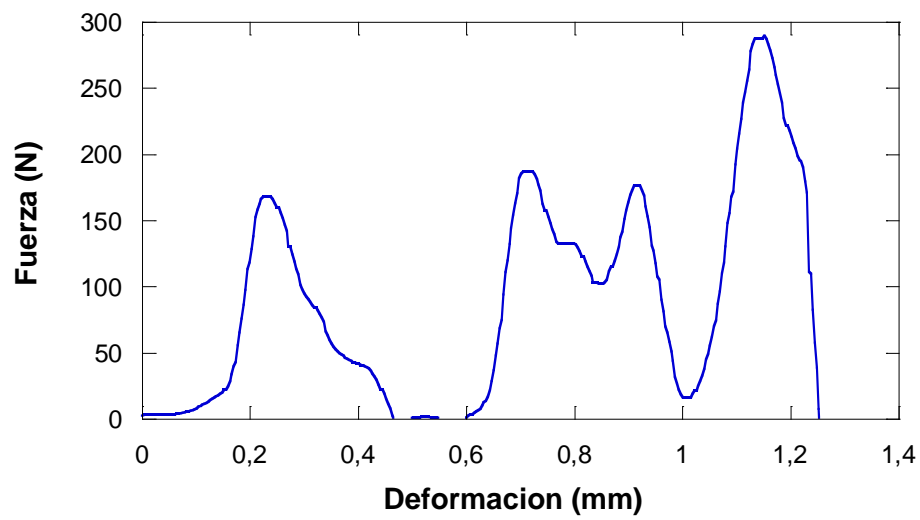
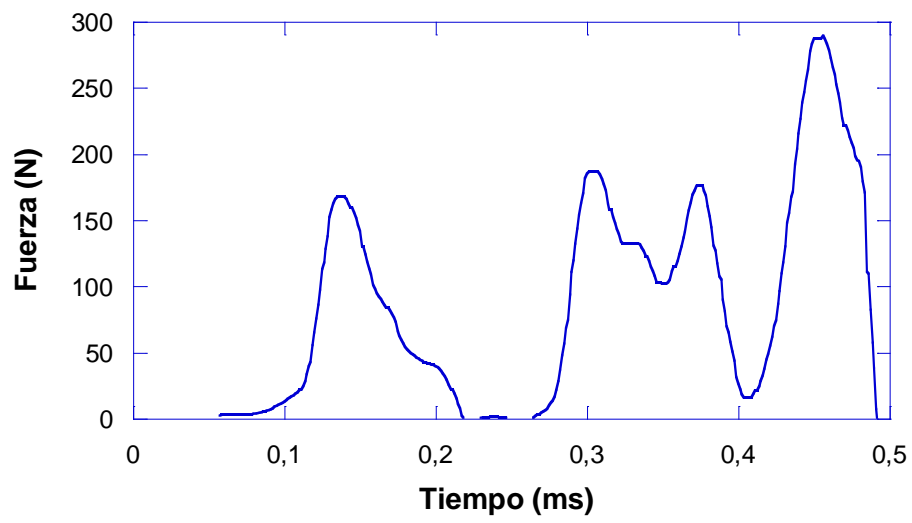


Figura 16. Ensayo de impacto. Probeta nº 2 de PA + 0,5% de óxido de grafeno.

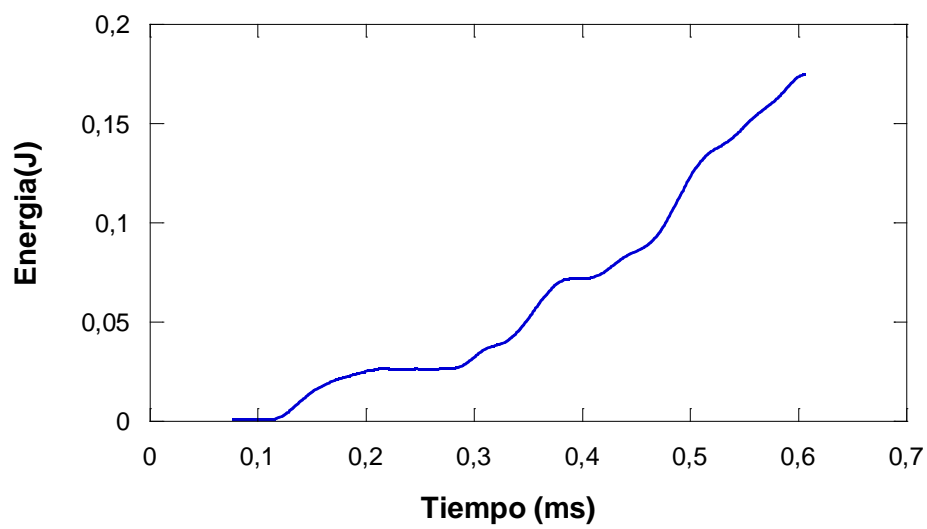
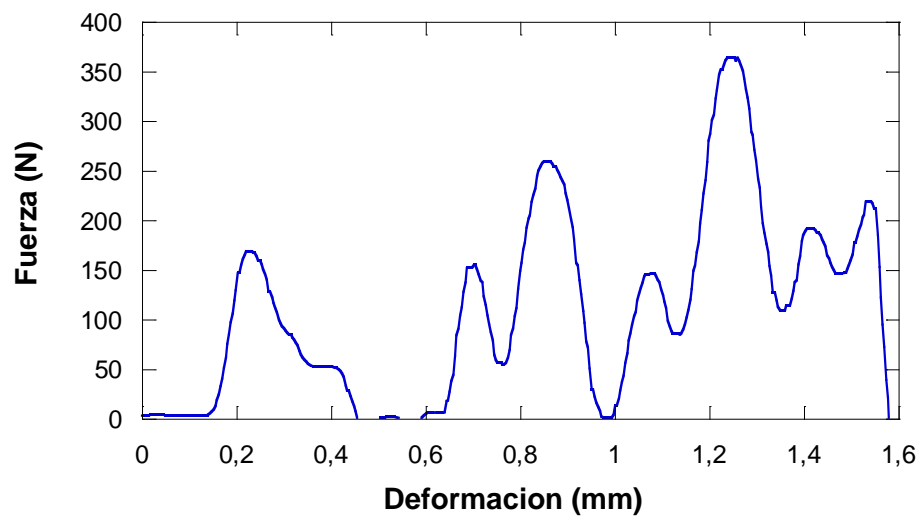
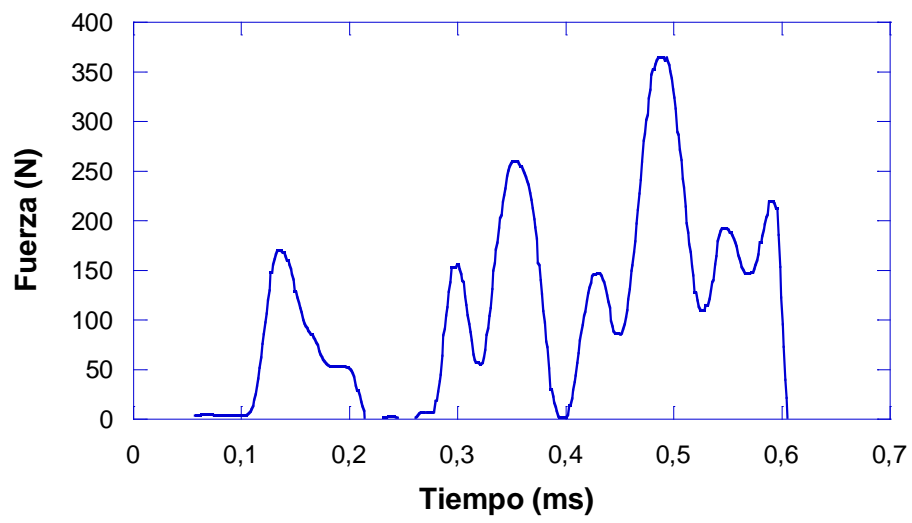


Figura 17. Ensayo de impacto. Probeta nº 3 de PA + 0,5% de óxido de grafeno.

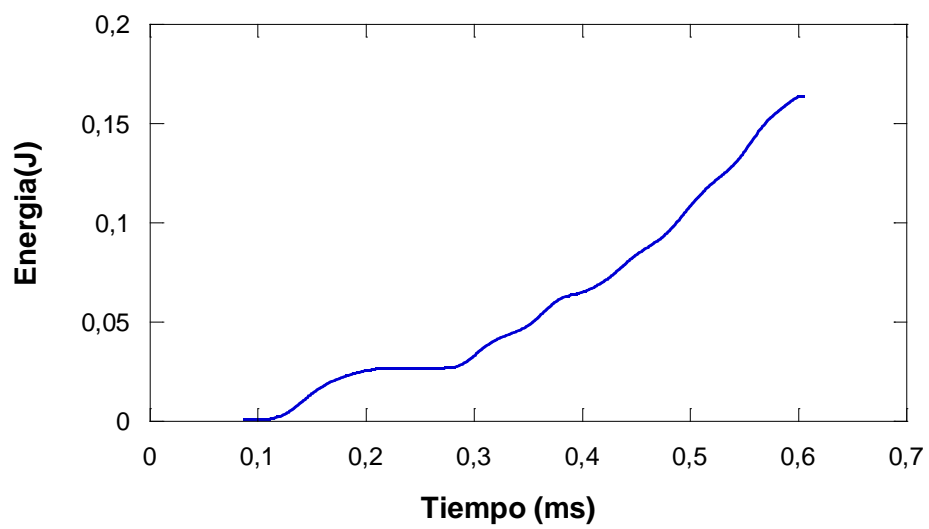
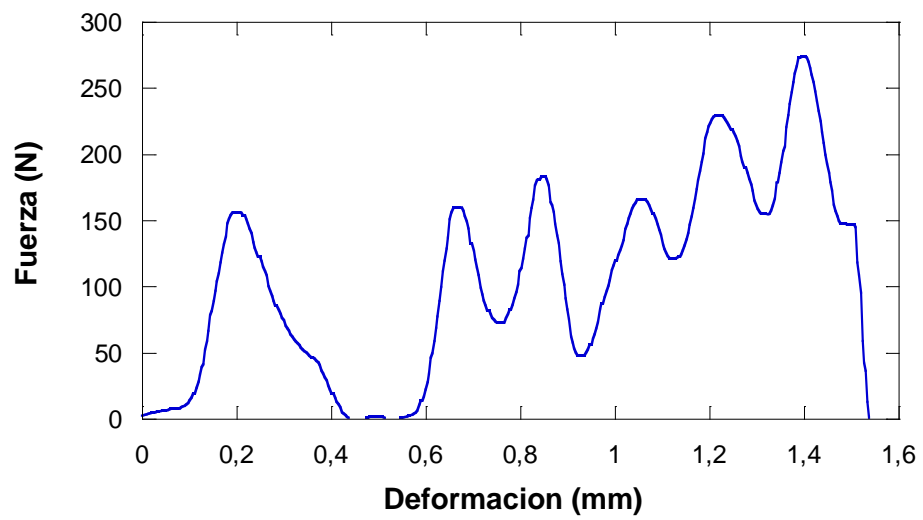
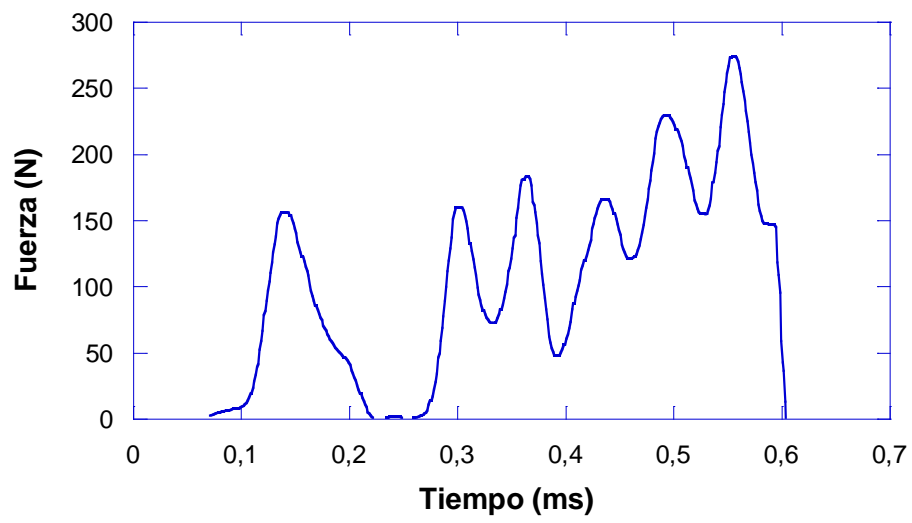


Figura 18. Ensayo de impacto. Probeta nº 4 de PA + 0,5% de óxido de grafeno.

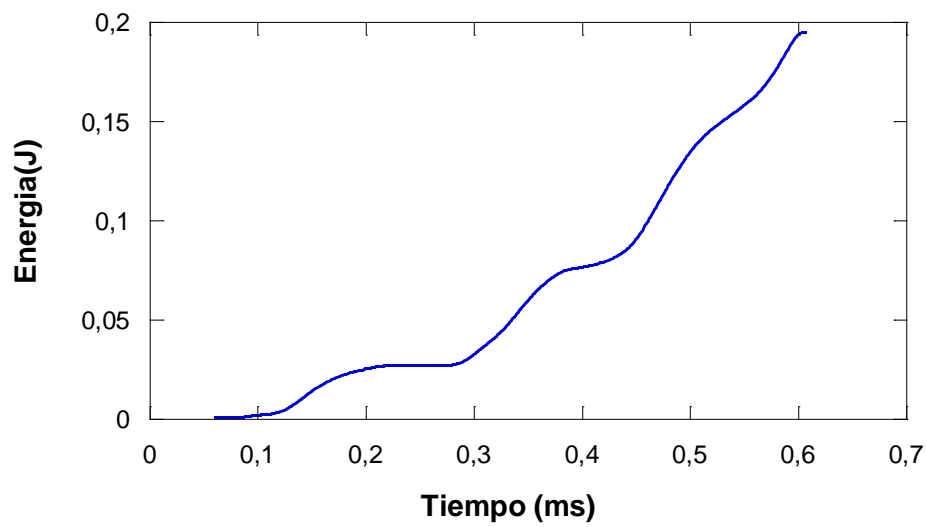
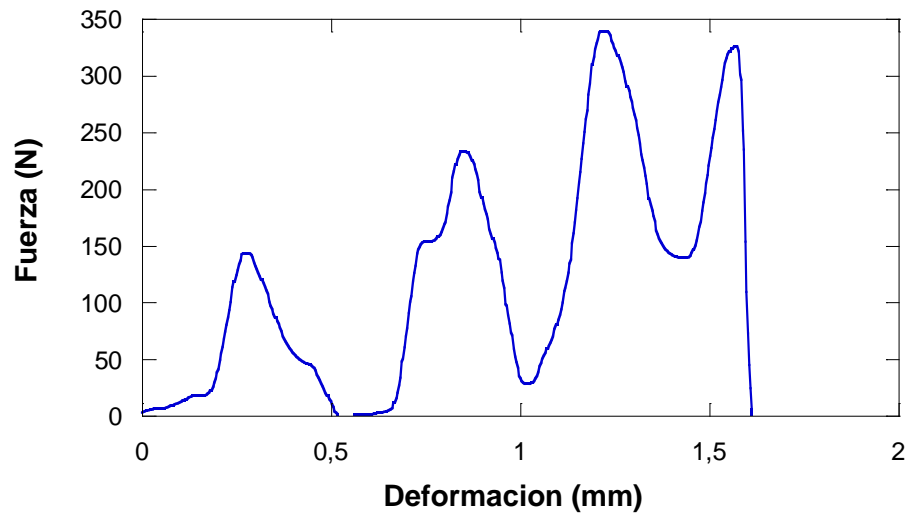
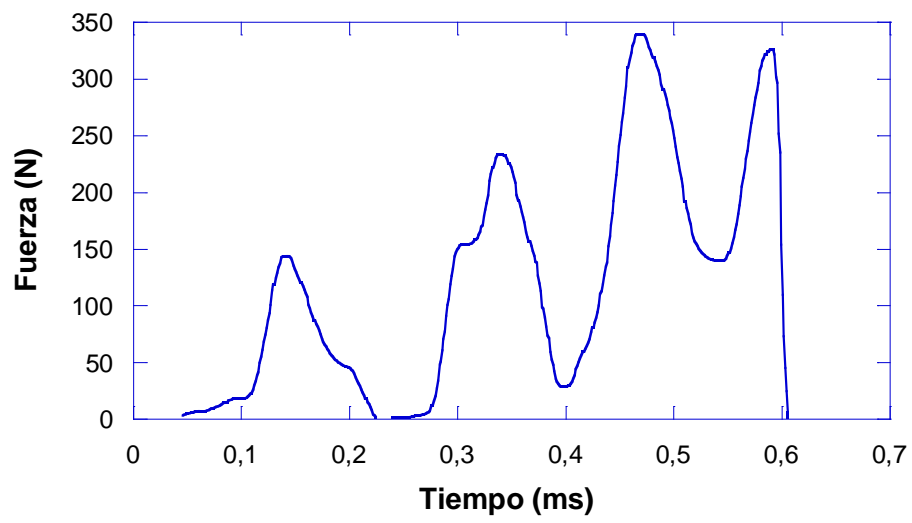


Figura 19. Ensayo de impacto. Probeta nº 5 de PA + 0,5% de óxido de grafeno.

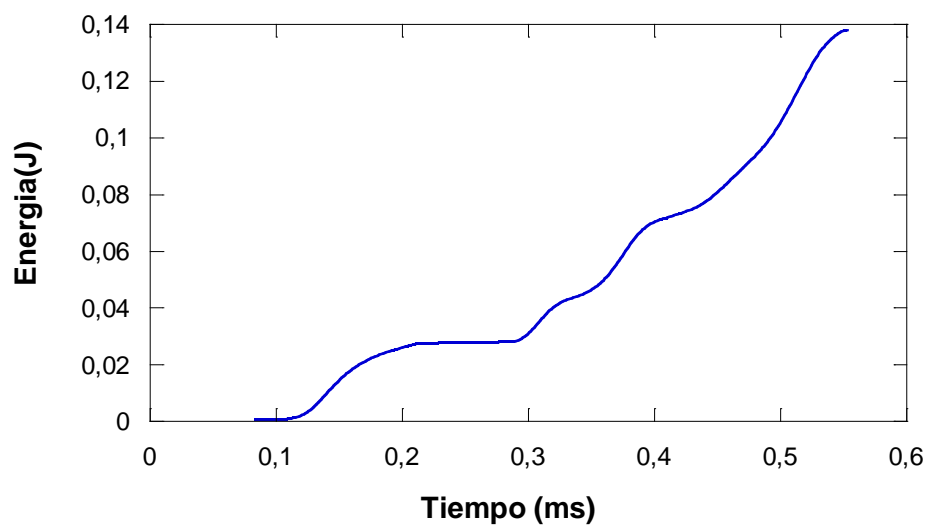
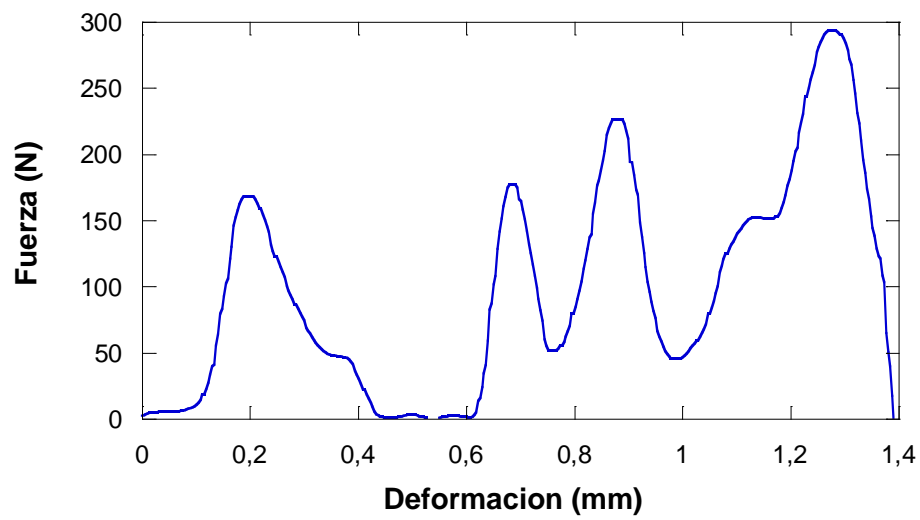
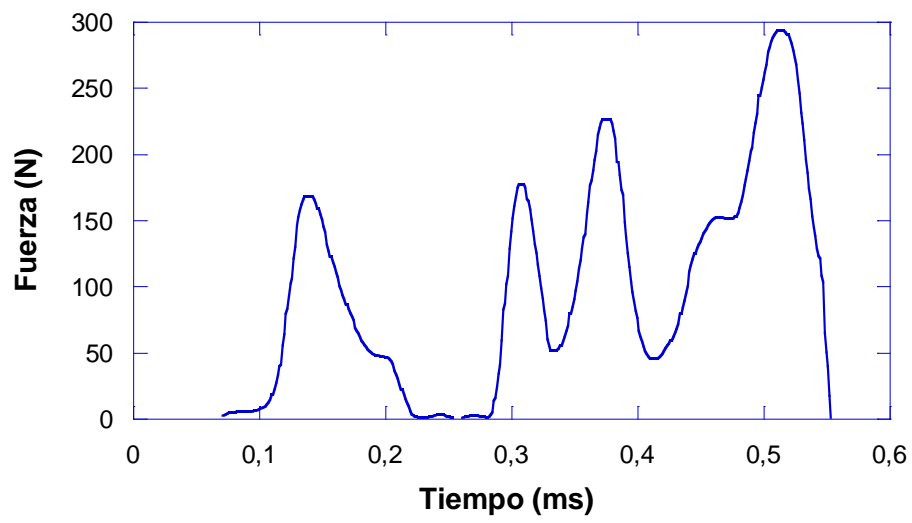


Figura 20. Ensayo de impacto. Probeta nº 6 de PA + 0,5% de óxido de grafeno.

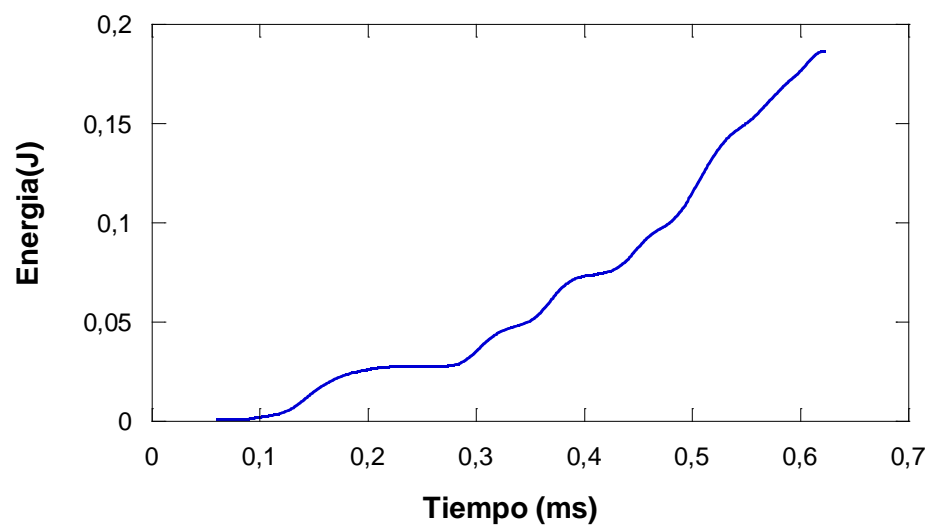
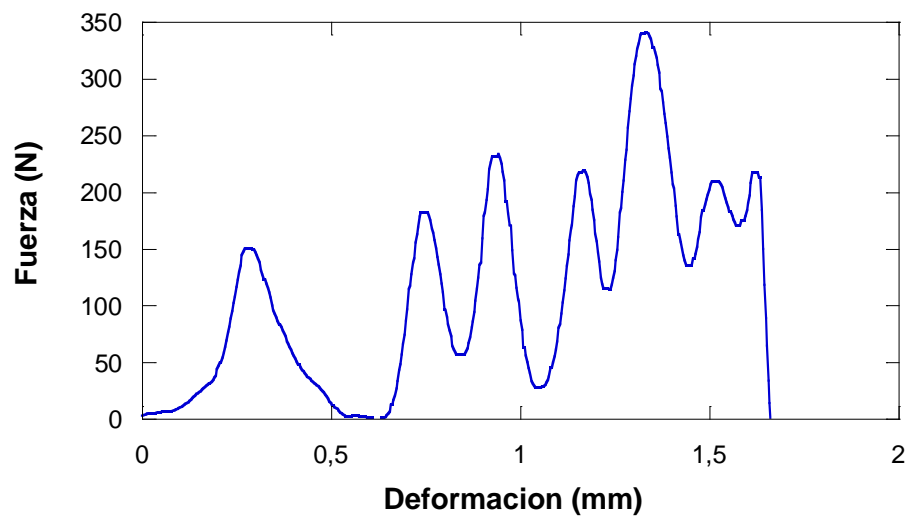
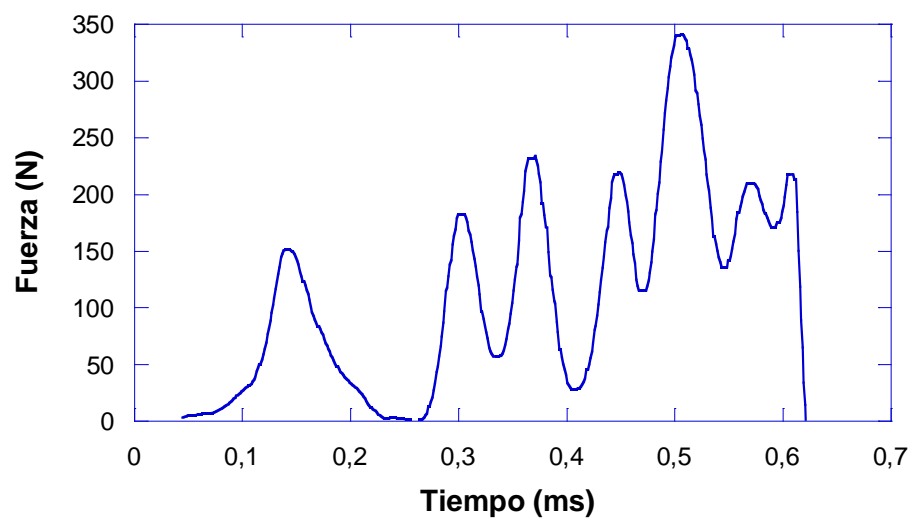


Figura 21. Ensayo de impacto. Probeta nº 7 de PA + 0,5% de óxido de grafeno.

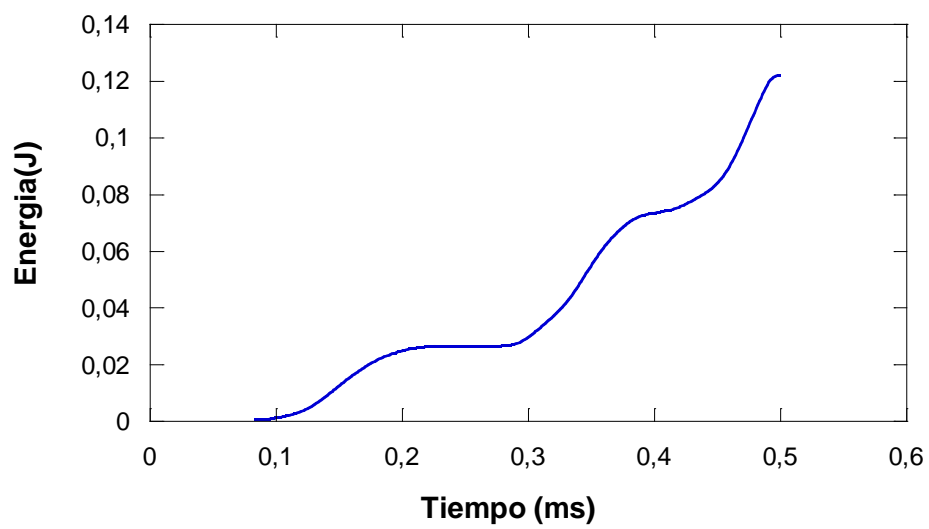
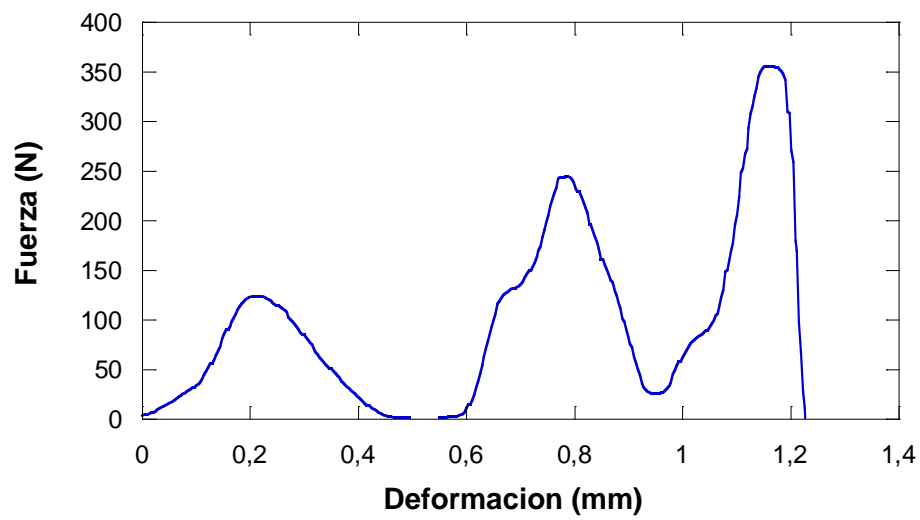
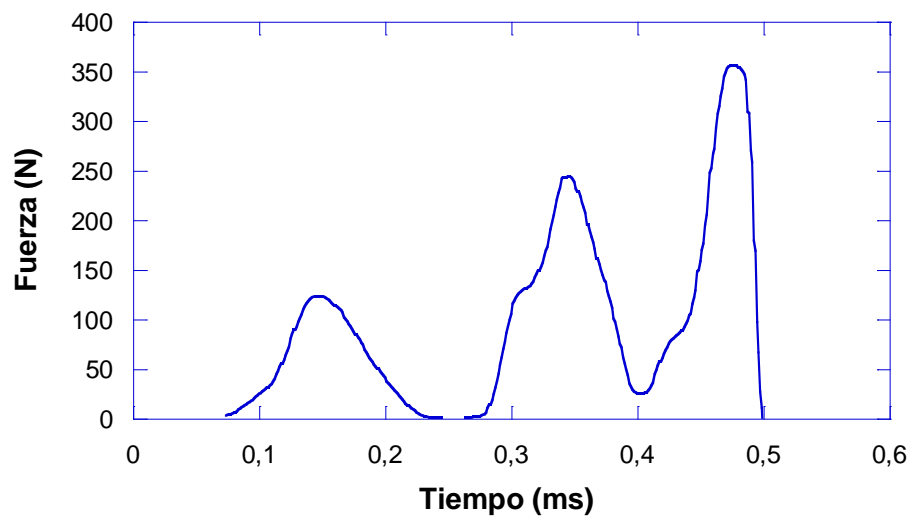
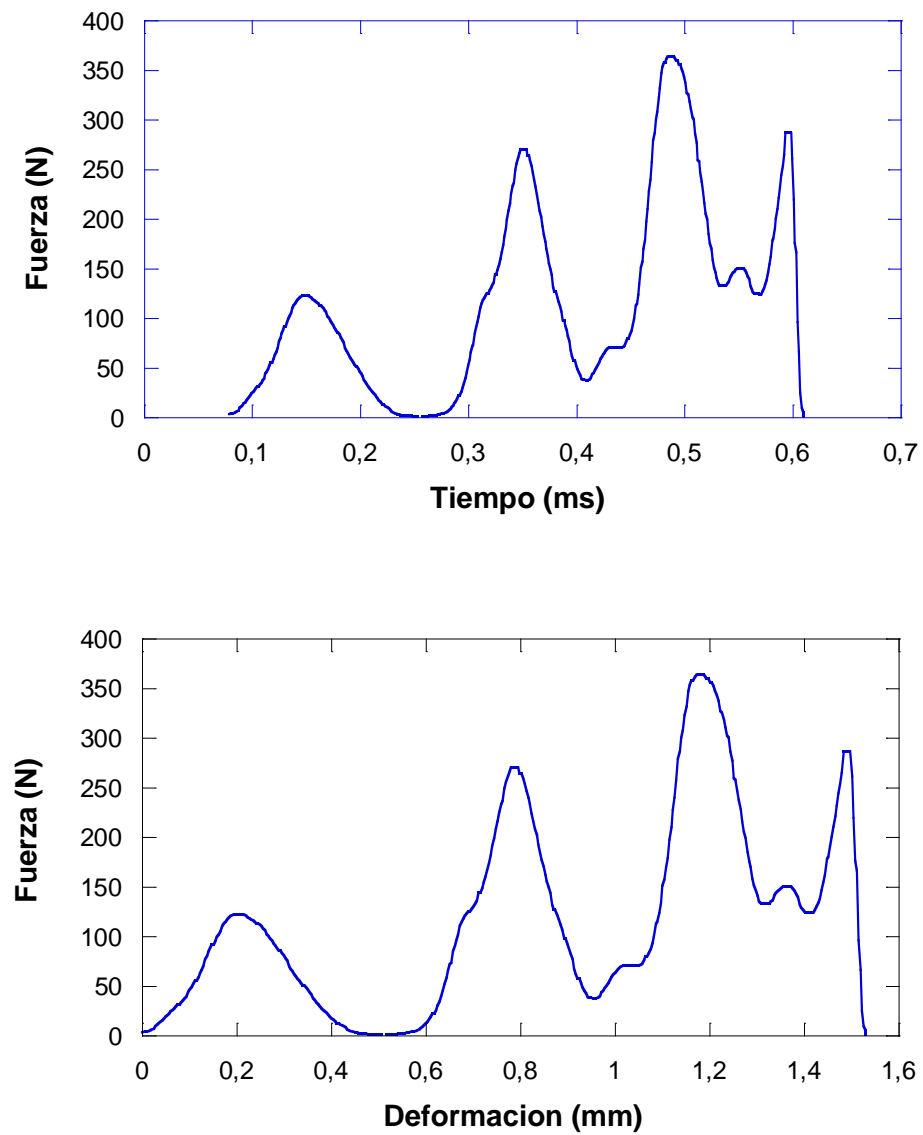


Figura 22. Ensayo de impacto. Probeta nº 1 de PA + 1 % de óxido de grafeno.



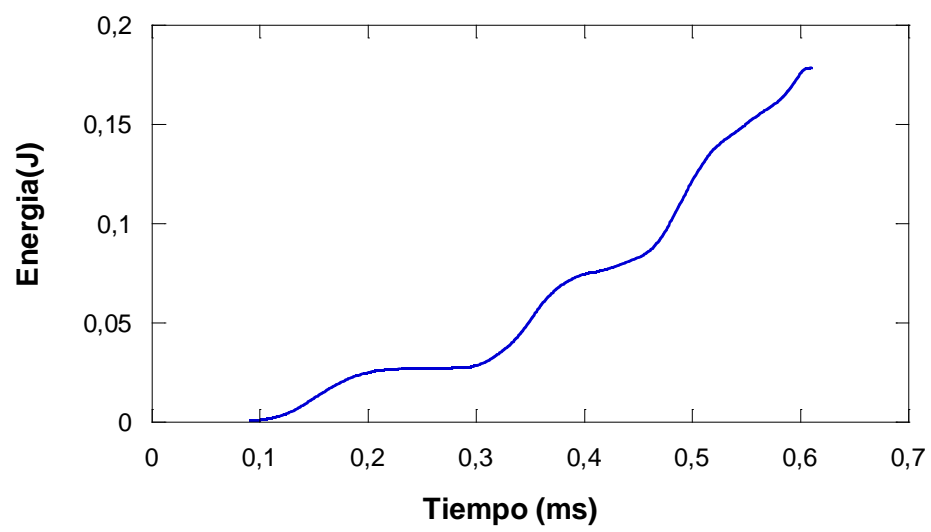


Figura 23. Ensayo de impacto. Probeta nº 2 de PA + 1 % de óxido de grafeno.

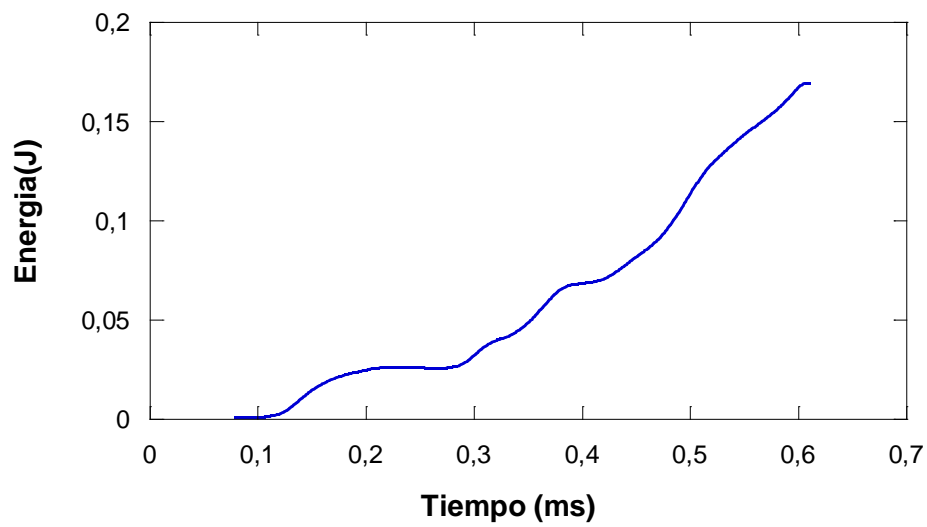
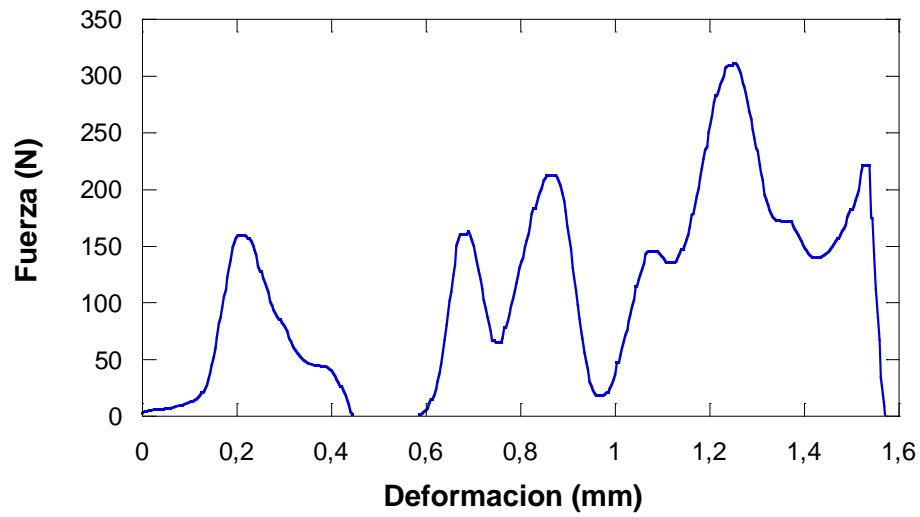
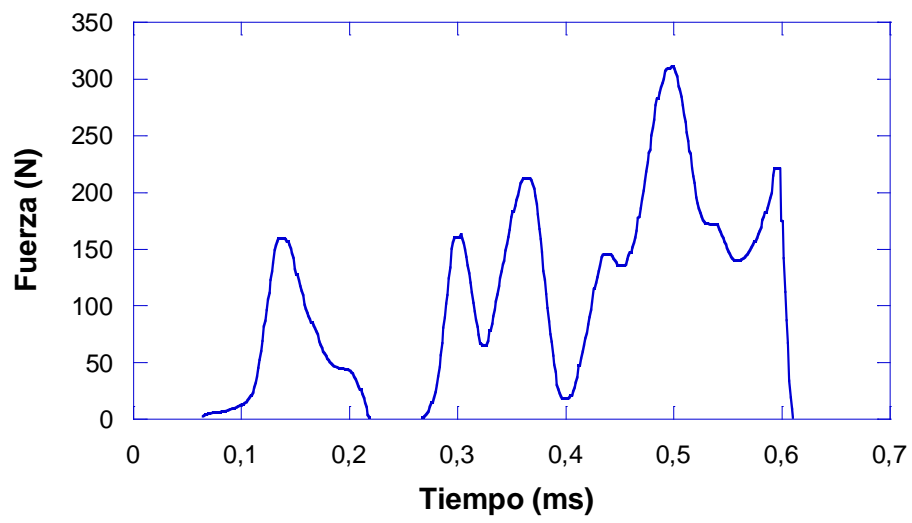


Figura 24. Ensayo de impacto. Probeta nº 3 de PA + 1 % de óxido de grafeno.

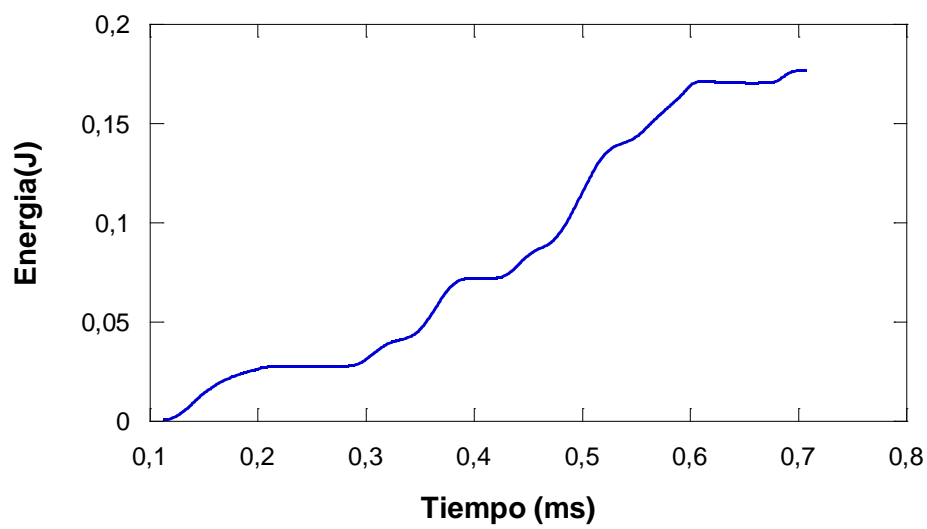
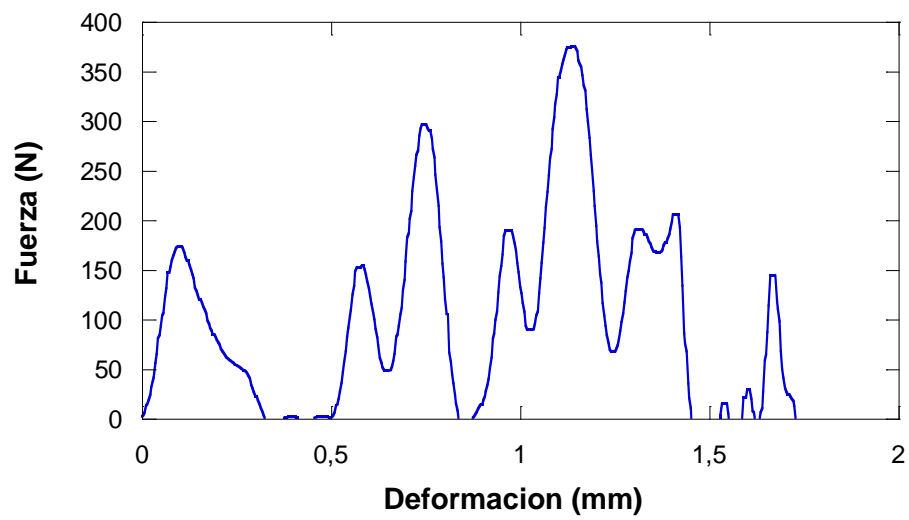
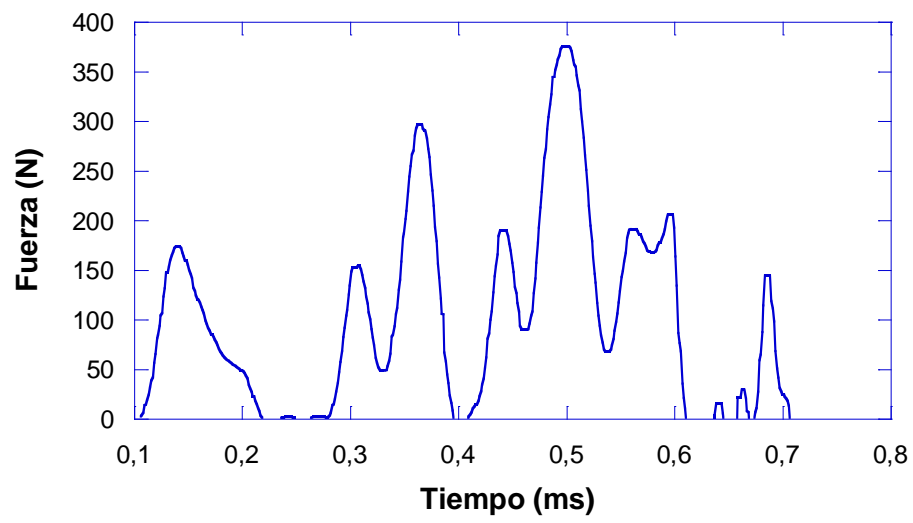
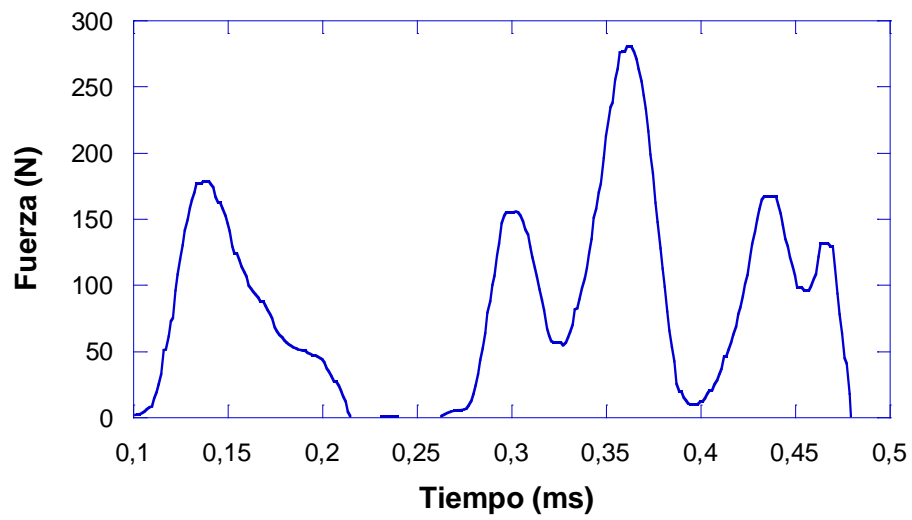


Figura 25. Ensayo de impacto. Probeta nº 4 de PA + 1 % de óxido de grafeno.



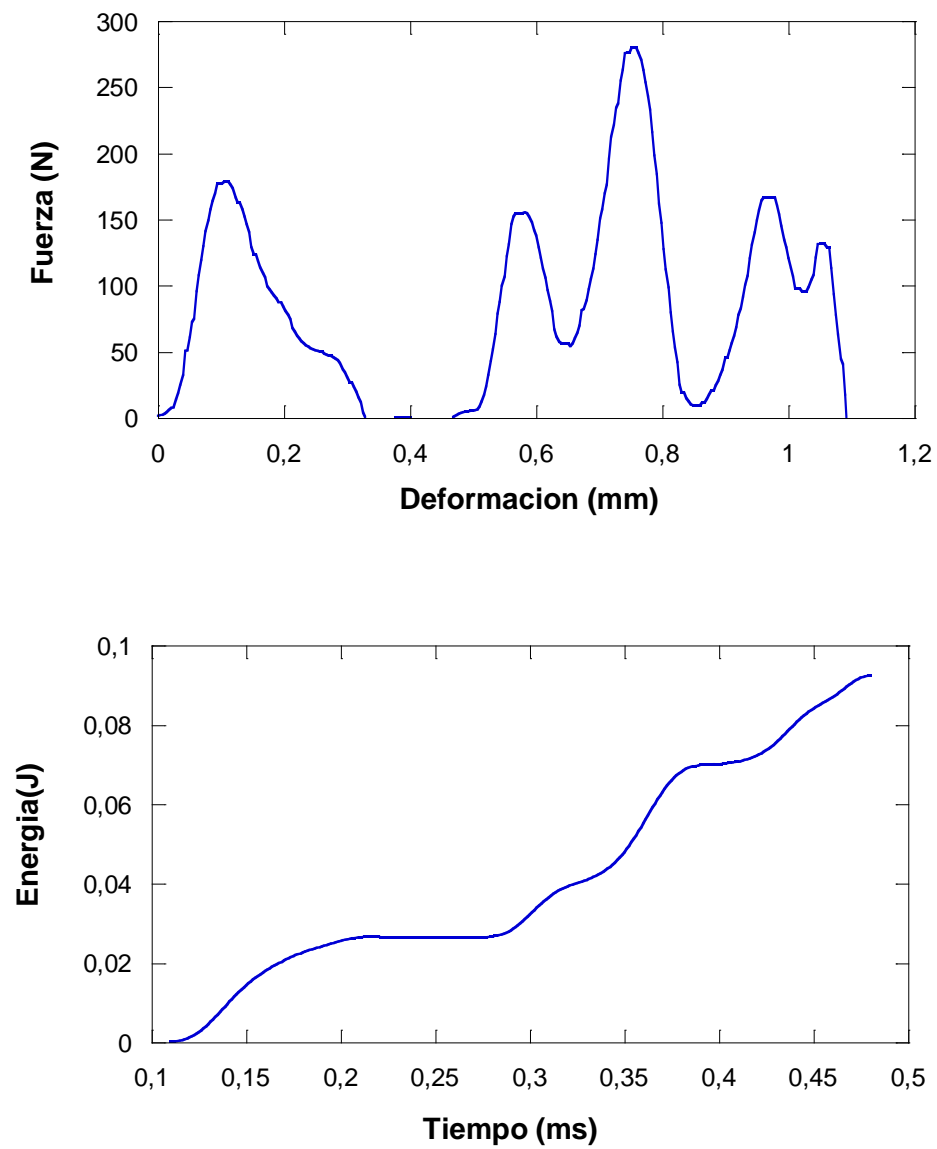


Figura 26. Ensayo de impacto. Probeta nº 5 de PA + 1 % de óxido de grafeno.

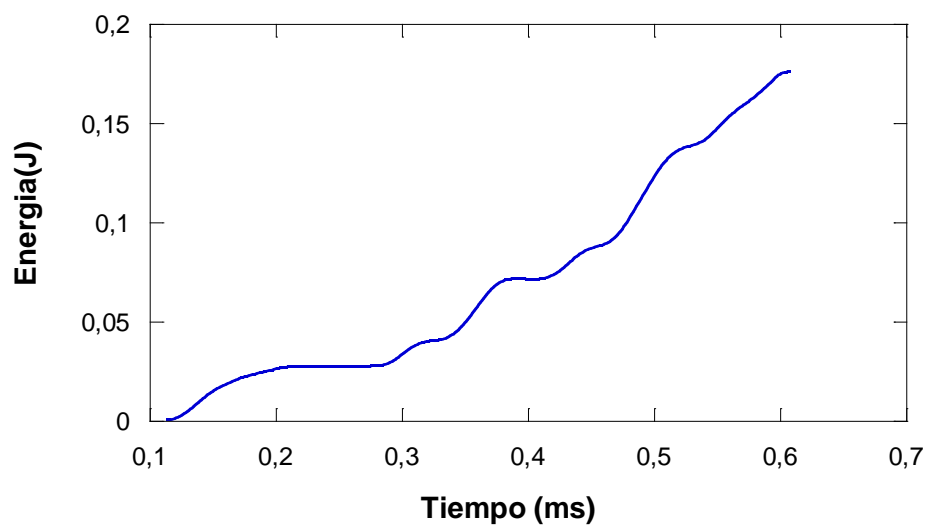
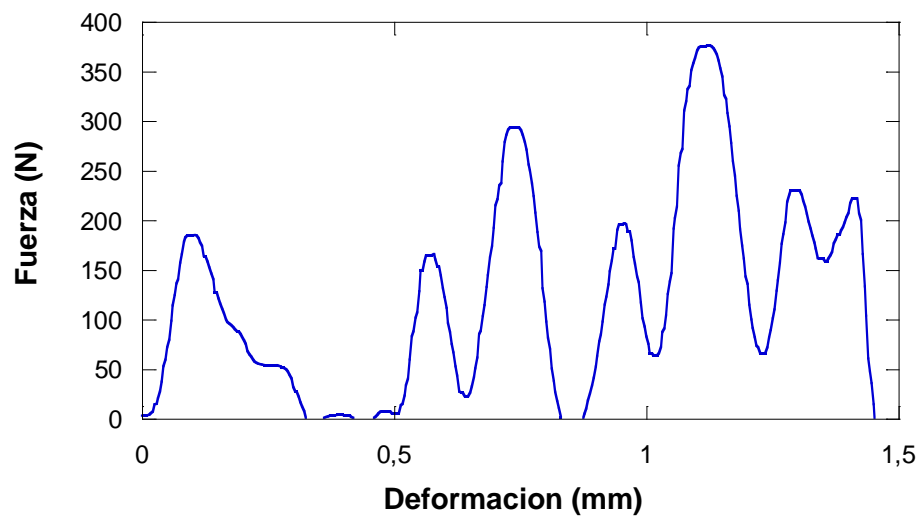
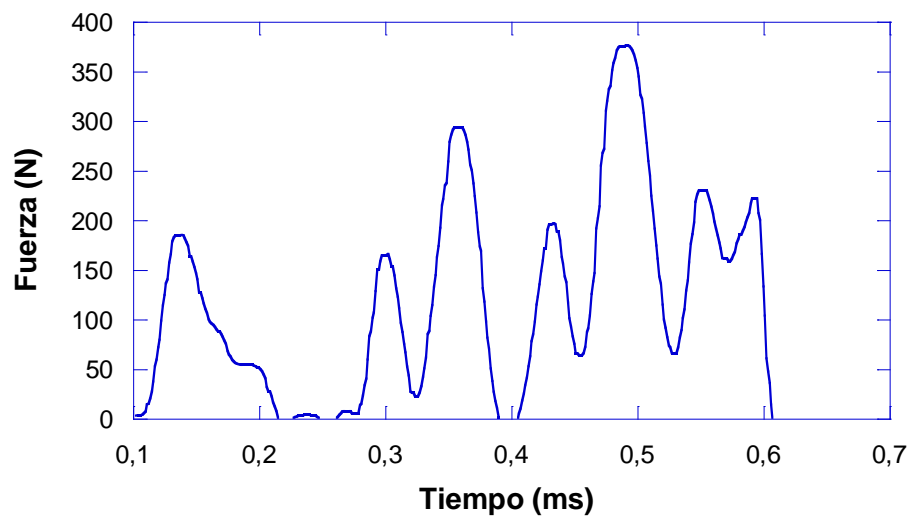


Figura 27. Ensayo de impacto. Probeta nº 6 de PA + 1 % de óxido de grafeno.

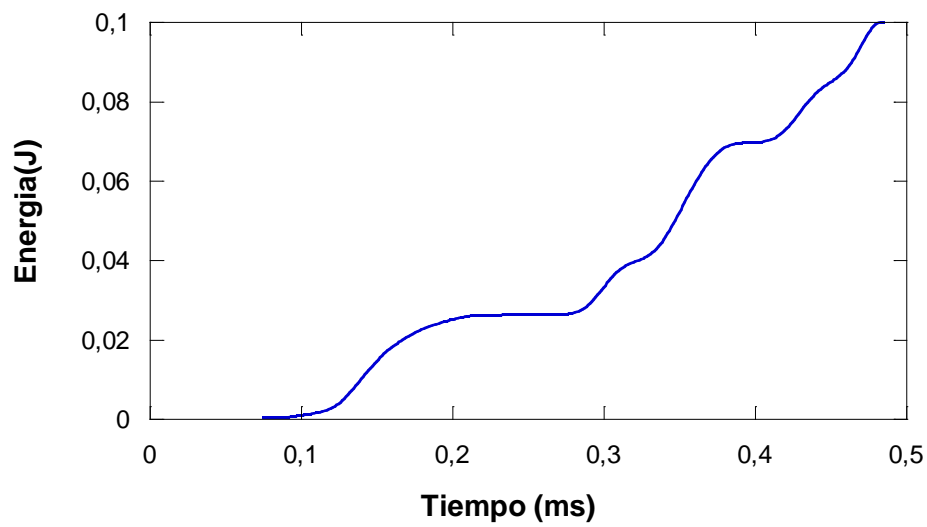
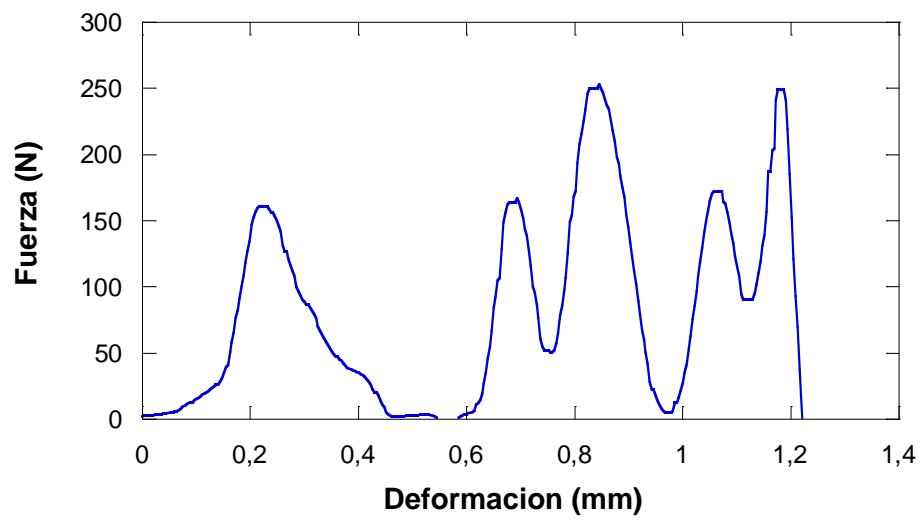
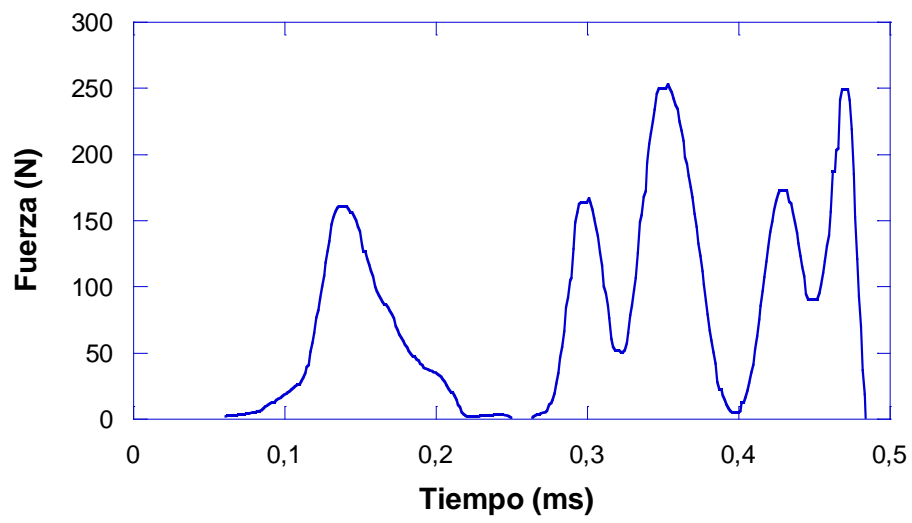


Figura 28. Ensayo de impacto. Probeta nº 7 de PA + 1 % de óxido de grafeno.

